

Aus der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde  
Universitätsklinikum des Saarlandes, Homburg / Saar  
(Direktor: Prof. Dr. M. Hannig)

**In-vitro-Untersuchung zur Frage der Versiegelung von aufbereiteten  
Wurzelkanälen mit Adhäsivsystemen**

*Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnheilkunde  
der Medizinischen Fakultät  
der UNIVERSITÄT DES SAARLANDES  
2015*

*vorgelegt von:*

**Jennifer Reiter geb. Laubenthal**  
geboren am: 16. April 1984 in Saarburg

Berichterstatter: Prof. Dr. M. Hannig

Mitberichterstatter:

Dekan: Prof. Dr. med. Michael D. Menger

Mündliche Prüfung:

*Meiner Familie gewidmet*

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>1</b>
1.1	Deutsche Zusammenfassung.....	1
1.2	Englische Zusammenfassung (Abstract).....	3
<b>2</b>	<b>EINLEITUNG.....</b>	<b>5</b>
2.1	Literaturübersicht Wurzelkanalfüllung .....	6
2.2	Literaturübersicht adhäsive Werkstoffe.....	9
2.2.1	Adhäsivmechanismen an Schmelz und Dentin .....	9
2.2.2	Bestandteile der Adhäsive.....	12
2.2.3	Einteilung der Adhäsivsysteme .....	13
2.2.4	Verwendung von Adhäsiven im Wurzelkanal .....	16
2.3	Fragestellung.....	19
<b>3</b>	<b>MATERIAL UND METHODE.....</b>	<b>20</b>
3.1	Material und Methode zu Teil 1: Anwendung von Adhäsivsystemen im Wurzelkanal – REM-Analyse.....	20
3.2	Material und Methode zu Teil 2: Dichtigkeit von adhäsiven Wurzelkanalversiegelungen im Farbpenetrationsversuch.....	27
3.2.1	Material und Methode der Vorversuche.....	27
3.2.1.1	Material und Methode der Vorversuchsreihe 1 .....	27
3.2.1.2	Material und Methode der Vorversuchsreihe 2.....	28
3.2.1.3	Material und Methode der Vorversuchsreihe 3.....	29



3.2.1.4 Material und Methode der Vorversuchsreihe 4.....	29
3.2.2 Material und Methode des Hauptversuchs.....	30
3.2.2.1 Probenherstellung .....	30
3.2.2.2 Photometrische Analyse.....	31
3.2.2.3 Auswertung der Messwerte.....	31
<b>4 ERGEBNISSE.....</b>	<b>33</b>
4.1 Ergebnisse von Teil 1.....	33
4.1.1 Bildmaterial Teil 1.....	33
4.1.1.1 Wurzel 1: Adhäsivsystem Optibond FL.....	34
4.1.1.1.1 Wurzel 1 (Optibond FL): koronale Schnittfläche.....	34
4.1.1.1.2 Wurzel 1 (Optibond FL): apikale Schnittfläche.....	36
4.1.1.2 Wurzel 2: Adhäsivsystem Clearfill SE.....	38
4.1.1.2.1 Wurzel 2 (Clearfill SE): koronale Schnittfläche.....	38
4.1.1.2.2 Wurzel 2 (Clearfill SE): apikale Schnittfläche.....	40
4.1.1.3 Wurzel 3: Adhäsivsystem Clearfill S3.....	42
4.1.1.3.1 Wurzel 3 (Clearfill S3): koronale Schnittfläche.....	42
4.1.1.3.2 Wurzel 3 (Clearfill S3): apikale Schnittfläche.....	44
4.1.1.4 Wurzel 4: Adhäsivsystem I Bond Gluma inside.....	40
4.1.1.4.1 Wurzel 4 (I Bond Gluma inside): koronale Schnittfläche.....	40
4.1.1.4.2 Wurzel 4 (I Bond Gluma inside): apikale Schnittfläche.....	42
4.1.1.5 Wurzel 5: Adhäsivsystem Adhese (Anw. mit Lichtpolymerisation).....	44
4.1.1.5.1 Wurzel 5 (Adhese m. Lichtpolym.): koronale Schnittfläche... 44	
4.1.1.5.2 Wurzel 5 (Adhese m. Lichtpolym.): apikale Schnittfläche.....	46
4.1.1.6 Wurzel 6: Adhäsivsystem Adhese (Anwendung o. Lichtpolym.).....	48
4.1.1.6.1 Wurzel 6 (Adhese o. Lichtpolym.): koronale Schnittfläche... 48	

4.1.1.6.2	Wurzel 6 (Adhese o. Lichtpolym.): apikale Schnittfläche.....	50
4.1.2	Zusammenfassende Wertung Teil 1.....	58
4.1.3	Schlussfolgerungen für die Folgeversuche.....	58
4.2	Ergebnisse von Teil 2.....	59
4.2.1	Ergebnisse der Vorversuche.....	59
4.2.1.1	Vorversuchsreihe 1.....	59
4.2.1.1.1	Ergebnisse der Vorversuchsreihe 1.....	59
4.2.1.1.2	Auswertung der Vorversuchsreihe 1 und Fazit für den Hauptversuch.....	61
4.2.1.2	Vorversuchsreihe 2.....	62
4.2.1.2.1	Ergebnisse der Vorversuchsreihe 2.....	62
4.2.1.2.2	Auswertung der Vorversuchsreihe 2 und Fazit für den Hauptversuch.....	63
4.2.1.3	Vorversuchsreihe 3.....	64
4.2.1.3.1	Ergebnisse der Vorversuchsreihe 3.....	64
4.2.1.3.2	Auswertung der Vorversuchsreihe 3 und Fazit für den Hauptversuch.....	66
4.2.1.4	Vorversuchsreihe 4.....	67
4.2.1.4.1	Ergebnisse der Vorversuchsreihe 4.....	67
4.2.1.4.2	Auswertung der Vorversuchsreihe 4 und Fazit für den Hauptversuch.....	68
4.2.2	Ergebnisse des Hauptversuchs.....	70
<b>5</b>	<b>DISKUSSION.....</b>	<b>80</b>
5.1	Diskussion der Methodik.....	80

5.1.1	In-vitro-Studien .....	80
5.1.2	Präparatewahl und Auswahl der Methodik.....	80
5.1.3	Anwendung adhäsiver Materialien im Wurzelkanal.....	84
5.1.3.1	Besonderheiten des intraradikulären Dentins .....	84
5.1.3.2	Anatomische Konfiguration der Wurzel, des Wurzelkanals und des Apex..	84
5.1.3.3	Werkstoffkundliche Aspekte.....	86
5.1.3.3.1	Water treeing.....	86
5.1.3.3.2	Polymerisationsschrumpfung .....	86
5.1.3.3.3	Der Smear Layer und der Einfluss von Spüllösungen.....	87
5.2	Diskussion der Ergebnisse.....	87
5.2.1	Diskussion der Ergebnisse von Teil 1 .....	87
5.2.2	Diskussion der Ergebnisse von Teil 2.....	88
5.3	Schlussfolgerungen.....	89
<b>6</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS.....</b>	<b>91</b>
<b>7</b>	<b>ANHANG.....</b>	<b>99</b>
7.1	Anhang 1: Messdatentabellen zum Hauptversuch.....	99
7.2	Anhang 2: Materialliste alphabetisch.....	107
<b>8</b>	<b>DANKSAGUNG.....</b>	<b>112</b>
<b>9</b>	<b>LEBENS LAUF.....</b>	<b>113</b>

## **1 Zusammenfassung**

### **1.1 Deutsche Zusammenfassung**

Diese In-vitro-Studie befasst sich mit den Möglichkeiten und Grenzen der Verwendung von Adhäsivsystemen an den Innenwänden von Wurzelkanälen nach der Wurzelkanalaufbereitung. Die Studie setzt sich aus zwei Abschnitten zusammen.

Teil 1 befasst sich mit der rasterelektronenmikroskopischen Darstellung und Nachweisbarkeit eines mikroretentiven Verbundes gängiger Adhäsivsysteme an Wurzelkanalinnenwänden.

Teil 2 untersucht mittels Farbstoffpenetrationstests die Dichtigkeit der Versiegelung von Wurzelkanalinnenwänden nach Behandlung mit gängigen Adhäsivsystemen über einen Zeitraum von 2 Jahren.

Folgende Fragestellungen wurden dabei bearbeitet:

1. Ist eine mikroretentive Verbindung von Adhäsivsystemen im Wurzelkanal möglich und nachweisbar?
2. Ist eine farbdichte Versiegelung der Wurzelkanalinnenwände mit Adhäsivsystemen möglich?
3. Welche Schwierigkeiten ergeben sich bei der Anwendung dentinadhäsiver Systeme im Wurzelkanal aus technischer Sicht?

Im Teil 1 wurden 6 humane, einwurzelige, einkanäle Z Zähne dekapitiert, endodontisch aufbereitet und mit gängigen Adhäsivsystemen behandelt. Dabei kamen die Adhäsive Optibond FL, Clearfill SE, Clearfill S3, I Bond Gluma inside und AdheSE Dual Cure (Anwendung mit und ohne Lichtpolymerisation) zum Einsatz. Nach Kürzung und Politur der Wurzeln von koronal und apikal wurden mittels Replikatechnik 12 Proben zur rasterelektronenmikroskopischen Analyse hergestellt. 12 weitere Replikaproben wurden nach Thermocycling der Wurzeln (2000 Zyklen) hergestellt. Die Beurteilung der 24 Proben unter dem Rasterelektronenmikroskop ergab den Nachweis der prinzipiellen Eignung von Adhäsiven zur Versiegelung der Dentinoberfläche im aufbereiteten Wurzelkanal. Bei allen verwendeten Adhäsiven gelang eine Versiegelung der Kanalwand. Charakteristika der Adhäsivanwendung am Dentin wie die Ausbildung einer Interaktionszone Adhäsiv-Dentin und die Ausbildung von Bonding Tags konnten nachgewiesen werden. Die künstliche Alterung mittels Thermocycling wirkte sich negativ auf die Adhäsivschicht aus, führte zu Rissen, Spalten oder Destruktionen. Die eindrucksvollsten Hybridschichten zeigten sich bei Anwendung von Optibond FL, Clearfill

SE und Clearfill S3. Suffiziente Versiegelungen gelangen nicht nur an der koronalen Schnittfläche, sondern auch apikal. Das Adhäsivmaterial konnte also in den gesamten Kanal eingebracht und über seine gesamte Länge hin suffizient lichtpolymerisiert werden. Die Verwendung des dual härtenden Adhese brachte keinen Vorteil gegenüber der Anwendung rein lichtpolymerisierender Adhäsive.

Teil 2 befasste sich mit der Farbpenetration von Methylenblaulösung durch mit Adhäsiv versiegelte Wurzelkanalinnenwände. Mittels Vorversuchsreihen wurden Material und Methodik für den Hauptversuch festgelegt. Eine zentrale Rolle spielte dabei der photometrische Nachweis von Methylenblau in wässriger Lösung. Im Hauptversuch wurden 70 extrahierte, einwurzelige, einkanalige Zähne junger Rinder dekapitiert, aufbereitet und apikal mit einem Flowable Composite verschlossen. Eingeteilt in 7 Gruppen wurden sie mit den Adhäsiven Optibond FL, Clearfill SE, Clearfill Protect, Clearfill S3, AdheSE Dual Cure und Cumdente Etch&Bond behandelt. Eine Gruppe blieb als Kontrollgruppe unbehandelt. Die Wurzeln wurden dann mit Methylenblaulösung gefüllt, koronal mit einem Flowable Composite verschlossen und in Gläschen mit destilliertem Wasser eingelegt. Über einen Zeitraum von 2 Jahren wurde das Umgebungsmedium photometrisch auf Methylenblau untersucht. Die Auswertung der Versuchsreihe ergab, dass mit allen Präparaten eine Versiegelung der aufbereiteten Wurzelkanäle möglich war. Im Vergleich zu Kontrollgruppe ohne Versiegelung bewirkten alle Versiegelungen eine Abdichtung, was sich an einer fehlenden oder stark reduzierten Methylenblaupenetration zeigte. Die geringste Methylenblaupenetration und damit die beste Versiegelung konnte nach Versiegelung mit Optibond FL, Clearfill SE und Clearfill S3 nachgewiesen werden. Die Methylenblaupenetration durch die mit Adhese, Clearfill Protect und Cumdente Etch&Bond versiegelten Wurzeln war im Vergleich dazu leicht erhöht.

Abschließend ist festzustellen, dass in-vitro eine Versiegelung des aufbereiteten Wurzelkanals mit gängigen Adhäsiven generell möglich ist und eine suffiziente Dichtigkeit erreicht werden kann. Die klinische Handhabung der Adhäsive bei schlecht einzusehenden Wurzelkanal in-vivo stellt jedoch sicherlich eine Problematik dar, die in weiterführenden Studien untersucht werden muss.

Zusätzlich wäre in weiteren Studien zu prüfen, welche Vor- und ggf. Nachteile sich aus der Verwendung dentinadhäsiver Systeme zur Wurzelkanalinnenwandversiegelung ergeben und welche Materialien zur Wurzelkanalfüllung in Kombination mit dentinadhäsiven Systemen geeignet sind.

## **1.2 Summary - Englische Zusammenfassung**

This study investigates possibilities and limitations of the use of dentine adhesive materials applied at the inner walls of a prepared root canal. The study is divided in two parts:

In part 1, root canals of human teeth were treated with different kinds of bonding materials and analysed by scanning electron microscopy. It shows, that the microretentive interaction at root canal walls is possible and reveals a similar behavior like the interaction at the coronal dentine.

In part 2, the methylene blue dye penetration was measured in prepared roots of bovine teeth, which were treated with different bonding agents. It shows the sealing efficacy of different adhesives over 2 years measured by a nano drop photometer.

The purpose of the present study was to clarify the following questions:

1. Is it possible to create and to prove a microretentive interaction of adhesives and root canal dentine?
2. Can an adhesive sealing in root canals be leakproof?
3. Which technical difficulties hinder the use of adhesives in the root canal?

In part 1, 6 human, single rooted teeth with only one canal were decoronated, endodontically treated and sealed with 6 different adhesives: Optibond FL, Clearfill SE, Clearfill S3, I Bond Gluma inside und AdheSE Dual Cure (used with and without light polymerization). After reduction and polishing the roots from the apical and coronal side, 12 replicas were produced for the scanning electron microscopic analysis. 12 replicas more were produced after thermocycling of the roots for 2000 times. The SEM analysis of the 24 probes proved the possibility to seal root canal dentine by adhesives. The typical interaction zone between adhesive and dentine as well as bonding tags were found. Thermocycling destroyed parts of the interaction zone. The use of Optibond FL, Clearfill SE and Clearfill S3 led to the best hybrid layers, not only in coronal but also in apical areas. The adhesives and the light polymerization reached the deepest areas. Using the dual cure adhesive Adhese did not lead to significant improvements.

Part 2 started with some trials to choose material and methods for the main study, and the detection of methylene blue dye by the nano drop photometer played a central role. In the main study, 70 extracted bovine, single rooted teeth with only one canal were decoronated, endodontically treated and closed with a flowable composite at the apex.

The 70 roots were organized in 7 groups, one of them was the control, the others were sealed by Optibond FL, Clearfill SE, Clearfill Protect, Clearfill S3, AdheSE Dual Cure or Cumdente Etch&Bond. The roots were filled with methylene blue and closed with a flowable composite at the coronal side. The were stored in small glasses with destillated water. For two years, the water was analysed by the nano drop photometer to measure dye leakage. All adhesives reached a sufficient sealing, the dye leakage was reduced or even inhibited in comparison to the control group. The best sealing effect had Optibond FL, Clearfill SE and Clearfill S3. Methylene blue leakage of the roots sealed with Adhese, Clearfill Protect and Cumdente Etch&Bond was higher.

It is concluded that root canal sealing with commercially available and established adhesives is possible and sufficient.

Using adhesives in-vivo in the narrow canal is surely quite difficult, thus, more studies should focus in this direction. If the technical problems are solved, using adhesive materials could bring some advantages for the root canal treatment, and new root canal filling materials would be feasible.

## **2 Einleitung**

Trotz der immer schnelleren Fortschritte im Bereich der Implantologie nimmt die Bedeutung der Zahnerhaltung kontinuierlich zu. Die DGZMK spricht in der Zusammenfassung der Vierten Deutschen Mundgesundheitsstudie (DMS IV) gar von einem „Paradigmenwechsel hinsichtlich des Extraktionsverhaltens unter der Zahnärzteschaft in den letzten Jahrzehnten“. Betreffend Zahnverlust und Zahnersatz ergab diese breit angelegte Studie des Jahres 2005, bei der über 4500 Personen aus allen sozialen Schichten und Altersgruppen in einer repräsentativen Erhebung befragt und zahnmedizinisch untersucht wurden, dass „einem Erwachsenen heute durchschnittlich 2,7 Zähne fehlen“, im Gegensatz zu einem Wert von 4,2 im Jahre 1997 (DMS III). Diese Entwicklung ist sicher einerseits ein Zeichen für den Wunsch der Patienten, die natürlichen Zähne aus funktionellen, ästhetischen und ökonomischen Gründen zu erhalten. Andererseits beweist diese Entwicklung die Erfolge der Prävention, der restaurativen Zahnmedizin und der Endodontie, welche neben der Therapie von Karies und Erkrankungen des Parodonts ein essentielles Instrument zur Zahnerhaltung darstellt.

In der Einleitung des Konsensuspapiers der Europäischen Gesellschaft für Endodontologie (EGE) von 1994 wird der Begriff Endodontologie wie folgt definiert: „Die Endodontologie kann als derjenige Zweig der zahnärztlichen Wissenschaft definiert werden, der sich mit Form, Funktion und Gesundheit der Pulpa und der periradikulären Gewebe befasst. Sie widmet sich ferner den Verletzungen und Erkrankungen beider Gewebe, deren Prävention und Behandlung.“ Zur endodontischen Behandlung heißt es fernerhin: „Die endodontische Behandlung umfasst Maßnahmen, die darauf abzielen, die Gesundheit der gesamten Pulpa oder von Teilen der Pulpa zu erhalten. Haben sich Pulpaerkrankungen in die periradikulären Gewebe ausgebreitet, zielt die Behandlung auf deren Wiedergesundung ab. Dies geschieht in der Regel über eine Wurzelkanalbehandlung, gelegentlich in Kombination mit endodontisch-chirurgischen Maßnahmen.“

Die Anfänge der Wurzelkanalbehandlung reichen ins 18. Jahrhundert zurück, wo 1728 von Pierre Fauchard eine Art Wurzelfüllung aus Blei beschrieben wird. Auch aus dem Jahre 1824 liegen Aufzeichnungen von Wurzelfüllungen aus Gold vor („Stuffing the cavity of one tooth from the end of the root with gold“, BAUMANN M.A. 2002 in Endodontics Review and Preview). Für den Erfolg einer Wurzelkanalbehandlung hat der Leitsatz von Prof. Otto Walkhoff (zitiert in REZAI et al. 1985) aus dem Jahre 1910 nichts an Bedeutung eingebüßt: „Die Grundprinzipien der Endodontie bestehen in Asepsis, chemischer und mechanischer Reinigung und der Obturation des Wurzelkanals.“ Dieses Grundprinzip bestimmt die



Grundzüge des Ablaufs einer erfolgreichen Wurzelkanalbehandlung. Die Entfernung von Bakterien und bakteriell infizierter und destrukturierter Zahnhartsubstanz erfolgt dabei mit speziellen Wurzelkanalinstrumenten zur Bearbeitung und Ausformung der Wurzelkanäle und mit chemisch desinfizierenden Spüllösungen. PETERS et al. wiesen 2001 nach, dass der dichte Verschluss des Wurzelkanals über die gesamte Länge besonders wichtig ist, da das Hohlraumsystem des Wurzelkanals meist nicht vollständig von Bakterien befreit werden kann. Nur durch suffiziente Obturation könne ein Flüssigkeitstransport im Wurzelkanalsystem und damit der Substrattransport als Nahrungsgrundlage für Bakterien verhindert werden. Zur Prognose eines wurzelbehandelten Zahnes gibt die Deutsche Gesellschaft für Zahn-, Mund-, und Kieferheilkunde in ihrer Stellungnahme „Zur Prognose von Wurzelkanalbehandlungen“ einen Prozentsatz von 85 bis 95% für Zähne mit irreversibler Pulpitis oder Pulpanekrose ohne assoziierte periapikale Läsion nach primärer Wurzelkanalbehandlung und von 75 bis 85% für Zähne mit infiziertem Endodont und assoziierter periapikaler Läsion nach primärer Wurzelkanalbehandlung an.

Die Methoden des „Cleaning and Shaping“, also die zur Aufbereitung und chemischen Reinigung des Wurzelkanalsystems, entwickeln sich beständig weiter. So stehen beispielsweise neben Handinstrumenten auch maschinelle Aufbereitungssysteme zur Verfügung. Dahingegen gilt für die Wurzelkanalfüllung als Standard seit langem eine Kondensationstechnik unter Verwendung des Werkstoffs Guttapercha und eines Wurzelkanalzements, des sogenannten Sealers, wie es die DGZMK in der Stellungnahme „Good clinical practice“: Die Wurzelkanalbehandlung formuliert.

## **2.1 Literaturübersicht Wurzelkanalfüllung**

Nach Aufbereitung und Desinfektion des Wurzelkanalsystems ist der letzte Schritt einer erfolgreichen Wurzelkanalbehandlung die dauerhafte, dreidimensionale und bakteriendichte Obturation des ausgeformten, gereinigten und getrockneten Wurzelkanals. Damit soll der Zugang zu Nährsubstraten für im Endodont verbliebene Bakterien unterbunden und ihre Wiedervermehrung verhindert werden (KERSTEN et MOORER 1989) und dem periapikalen Gewebe die Möglichkeit der Regeneration gegeben werden (SCHILDER 1967). DELIVANIS et al. konnten 1983 zusätzlich nachweisen, dass eine dichte Wurzelfüllung zum Absterben von Bakterien führt und damit die Prognose des Zahnes verbessert wird. Das Abfüllen des Wurzelkanals soll erfolgen, wenn davon ausgegangen werden kann, dass eine Infektion

eliminiert wurde, eine Trocknung des Kanals möglich ist, eine sorgfältige Aufbereitung der Kanäle durchgeführt wurde und der Zahn nach einer provisorischen Wurzelfüllung mit einer medizinischen Einlage klinisch symptomlos erscheint, so die Qualitätsrichtlinien der EGE (1994). Sie definiert für das ideale Wurzelfüllmaterial folgende Eigenschaften:

- biokompatibel
- dimensionsstabil
- undurchlässig für Flüssigkeiten
- bakterielles Wachstum nicht fördern
- unlöslich in Gewebsflüssigkeiten
- dichter Verschluss des gesamten Kanalsystems
- gute Haftung an der Zahnhartsubstanz
- röntgenopak
- ausreichende Verarbeitungszeit
- keine Verfärbung der Zahnhartsubstanz
- aus dem Wurzelkanal entfernbar

(Europäische Gesellschaft für Endodontologie, 1994)

Ein ideales Wurzelfüllmaterial, das alle Eigenschaften erfüllt, ist bis heute nicht gefunden worden. Als Kompromiss hat sich in der Praxis Guttapercha etabliert. Je nach Hersteller besteht die Guttapercha zu 19% bis 45% aus eingedicktem Harz der Palagium- und Isonandrabäumen, das als Matrix dient. Ein weiterer Bestandteil ist zu 33-61% Zinkoxid, das als Füllstoff zugesetzt wird. Um eine erhöhte Plastizität zu erreichen, werden zahnärztlicher Guttapercha Zusätze aus Wachs oder Kunststoff von etwa 3% beigemischt. Auch werden Metallsulfate, wie z.B. Bariumsulfat, der Guttapercha zugeführt, damit das Material eine radioopake Eigenschaft erhält (BEER, BAUMANN 1994). Guttapercha gilt als biokompatibel, inert und wasserunlöslich. Es kann in zwei kristallinen Phasen ( $\alpha$ - und  $\beta$ -Phase) und in einer amorphen Phase vorliegen. Bei konventionellen Füllmethoden, wie der Technik der lateralen Kondensation, liegen die Guttaperchastifte bei Zimmertemperatur in der  $\beta$ -Phase vor. Bei einer Erwärmung auf 42 - 49 ° Celsius geht die  $\beta$ -Phase in die  $\alpha$ -Phase über, was bei den thermoplastischen Füllmethoden genutzt wird (SCHILDER 1967). Bei einer Erwärmung über 59 ° Celsius wird Guttapercha in die amorphe Phase überführt.

Da sich die alleinige Verwendung von Guttapercha als nicht ausreichend erwiesen hat, wird eine Kombination aus Guttapercha und einem Wurzelkanalzement, dem so genannten Sealer, empfohlen (BRANSTETTER et al. 1982, HAKA et al. 1992). Der Begriff Zement ist hierbei

irreführend, da das Guttaperchamaterial nicht zementiert wird und auch keinen Halt und keine Friktion durch ihn erhält. Vielmehr gleicht der Sealer Unebenheiten der Kanalwand aus und verschließt Dentintubuli und kleine akzessorische Kanälchen. Außerdem stellt er einen dichten Verbund des Wurzelkanalfüllmaterials mit der Kanalwand her (EGE, 1994). Dabei wiesen WU et al. 1994 nach, dass die Schichtstärke des Sealers und sein Anteil an der Wurzelkanalfüllung möglichst gering gehalten werden sollten, da Sealer einer Resorption unterworfen sind und durch Auflösungs- und Resorptionsprozesse Hohlraumbildungen stattfinden können. Die erhältlichen Sealer werden vor Einbringung in den Kanal durch die Durchmischung von zwei Komponenten angemischt, dadurch startet der Abbindevorgang. Während der Abbindephase treten in der Regel Dimensionsänderungen auf. Bei einer Schrumpfung von mehr als 1% besteht eine erhöhte Gefahr der Bakterienpenetration entlang der Wurzelfüllung, wie ORSTAVIK 2001 nachweisen konnte. Er etablierte das Material AH Plus® als Goldstandard, einen Sealer auf Epoxidharz-Basis, der während seiner Aushärtung eine Expansion von bis zu 1% aufweist. Damit soll eine gute Wandständigkeit und apikale Dichtigkeit gewährleistet werden.

Neben den heute als obsolet geltenden Wurzelkanalfülltechniken der reinen Pasten- oder Zementfüllung und der Zentralstiftmethode hat sich die Methode der lateralen Kondensation bei konisch aufbereiteten Kanälen als Methode der Wahl etabliert (SCHILDER 1967). Hierbei entspricht der erste Guttaperchastift, der so genannte Masterpoint, in seiner Größe der letzten Feile, die bis zum Erzielen des apikalen Schlusspunktes eingesetzt wurde. Die Guttaperchaspitzen werden vor Einbringung in den Kanal dünn mit Sealer bestrichen. Der eingebrachte Masterpoint wird mit einem speziellen Instrument, dem Spreader, lateral an die Kanalwand gepresst. In den durch Kondensation entstandenen Hohlraum wird ein Guttaperchastift geringerer Größe eingeführt und erneut kondensiert, bis der gesamte Kanal mit Guttapercha und Sealer gefüllt ist. Die herausragenden Guttaperchaenden werden auf Höhe des Kanaleingangs abgetrennt und abschließend der obere Teil der Wurzelfüllung vertikal kondensiert. Die Abwandlung dieser Methode nach JURCAK (1992) empfiehlt einen erwärmten Spreader, um die Guttapercha besser an die Kanalwand zu adaptieren.

Als weitere Techniken zur Wurzelkanalfüllung stehen die Methoden der vertikalen Kondensation und die vielfältigen thermoplastischen Techniken mit erwärmter Guttapercha zur Verfügung.

Eine Studie von HÜLSMANN et al. (1991) untersuchte Wurzelfüllungen auf Panoramaschichtaufnahmen hinsichtlich ihrer Qualität. Entscheidungskriterien dabei waren röntgenologische Homogenität, Blasenfreiheit, nach apikal überpresstes Füllmaterial und

Füllung über die gesamte Arbeitslänge. Das Ergebnis war alles andere als zufriedenstellend, stufte er doch mehr als 50% der Wurzelkanalbehandlungen als insuffizient ein.

Die Wurzelfüllung mit Guttapercha und Sealer auf Zinkoxid-Eugenol-, Kalziumhydroxid-, Silikon- oder Epoxidharz-Basis gilt heute immer noch als Goldstandard der endodontischen Therapie zum bakteriendichten Verschluss des Wurzelkanalsystems. Die meisten Anforderungen an ein Wurzelkanalfüllungsmaterial erfüllt diese Kombination, mit Ausnahme des vollständigen bakteriendichten Verschlusses. Eine Bakterienpenetration kann entlang der Grenzflächen Dentin-Sealer und Sealer-Guttapercha stattfinden, da die Komponenten untereinander keine Verbindung eingehen (PERDIGAO et al. 2007). Es stellt sich daher die Frage, ob Sealer auf Kunststoffbasis und adhäsive Wurzelkanalfüllungsmaterialien in Anlehnung an die Erfolge der Adhäsivtechnik in der restaurativen Therapie eine Alternative zur Guttapercha/Sealer-Technik darstellen können.

## **2.2 Literaturübersicht adhäsive Werkstoffe**

In der restaurativen Zahnmedizin werden seit Mitte des 20. Jahrhunderts Werkstoffe verwendet, deren Haftung an der Zahnschubstanz auf einem Adhäsivverbund beruht (BUONCORE 1955, BOWEN 1962). Vor der Etablierung und der ständigen Verbesserung solcher Materialien war der Behandler bei der Verarbeitung konventioneller Füllwerkstoffe auf mechanische Haftmechanismen wie z.B. Verkeilung in Unterschnitten angewiesen.

Ein adhäsiver Verbund (lat. adhere = anhängen, anhaften) bezeichnet den Verbund zweier Materialien mittels eines Haftvermittlers, sozusagen mittels eines „Klebers“. Im Bereich der Zahnheilkunde wird mit der Adhäsivtechnik die Vielfalt der durch Klebetechnik gekennzeichneten Restaurationsmethoden zusammengefasst. Durch die Möglichkeit, zahnfarbene Kompositwerkstoffe am Zahn adhäsiv zu befestigen, wurde die restaurative Zahnheilkunde revolutioniert. Minimalinvasive Füllungsmethoden und das breite Feld der ästhetischen Zahnheilkunde wurden durch die Adhäsivtechnik entscheidend beeinflusst und sogar teilweise erst möglich gemacht (TOUATI 1998).

### **2.2.1 Adhäsivmechanismen an Schmelz und Dentin**

Bei der Adhäsivtechnik muss grundsätzlich zwischen der Haftung am Schmelz und der Haftung am Dentin unterschieden werden.

An der glatten, anorganischen Oberfläche des **Zahnschmelzes** wird der adhäsive Verbund durch die Etablierung einer mechanisch mikrorretentiven Oberfläche durch chemische Konditionierung erreicht. Dabei ist das von BUONCORE etablierte System der Schmelz-Ätz-Technik von 1955 bis heute maßgebend: Durch eine Säureätzung des Zahnschmelzes wird die obere Schmelzschicht angelöst, Schmelzprismen lösen sich heraus und ergeben eine aufgeraute Oberfläche. In der Regel wird zur Schmelzätzung ein Phosphorsäuregel benutzt. Nach Absprühen des Gels und der gelösten Schmelzprismen nach entsprechender Einwirkzeit mit einem Wasserstrahl und anschließender Trocknung der Fläche mit der Multifunktionsspritze wird die so vorbehandelte Fläche mit einem niedrigviskösen Bondingmaterial, bestehend aus Diacrylaten, beschickt, welches in die raue Schmelzoberfläche eindringt. Das Bonding wird mechanisch aufgetragen und verblasen, anschließend mit UV-Licht polymerisiert (LUTZ 1993). Nun ist zwischen Schmelz und Bonding eine innige Verzahnung entstanden, die ausgebildeten Bondingzotten, die in die Schmelzporositäten eindringen, werden als „tags“ bezeichnet (BUONCORE 1968). Mit der Bondingschicht kann nun das hydrophobe Kompositfüllmaterial eine Verbindung eingehen. Neuere Studien konnten nachweisen, dass alternativ zur konventionellen Schmelzätzung mit Phosphorsäure auch selbstätzende Adhäsive am Schmelz zu suffizienten Haftwerten führen können (HANNIG et al. 1999), wodurch in der Praxis ein Arbeitsschritt eingespart werden kann.

1963 untersuchte BUONCORE die Unterschiede des Bondings an Schmelz und Dentin und stellte fest, dass sich die Verbindung der adhäsiven Restaurationsmaterialien zum **Dentin** deutlich schwieriger gestaltet. BUONCORE und QUIGLEY (1958) unternahmen auch erste Versuche, den Bereich der Bondingschicht am Dentin histologisch zu charakterisieren. Während Schmelz kaum Proteine enthält, besteht Dentin nur aus 70 Prozent anorganischem Material (Hydroxylapatit, Kalziumphosphat, Magnesium und Spurenelemente) und zu 20 Prozent organischem Material, dessen Hauptanteil mit 90 Prozent Kollagen darstellt (KAWASAKI et al. 1997). Die restlichen 10 Prozent bildet Wasser. Aufgrund umgebender Hydroxylapatitkristalle ist das Kollagen im Dentin nur schwer zu erreichen (NAKABAYASHI et al. 1982).

Zusätzlich weist Dentin eine entscheidende strukturelle Besonderheit auf: die Dentintubuli. Diese Tubuli stellen eine Möglichkeit zur mikrorretentiven Verankerung dar, erschweren sie aber auch, da sie aufgrund ihres wässrigen Inhaltes eine gewisse Feuchtigkeit des Substrates grundsätzlich bedingen. Die Zahl der für das Bonding erreichbaren Tubuli variiert, tiefliegendes Dentin weist mehr Tubuli auf als oberflächliches (NAKABAYASHI et al. 1982). Laut DUKE

et al. (1991) stellt gerade sklerotisch verändertes Dentin mit einer geringeren Anzahl oder obliterierten Tubuli ein eher schlechtes Substrat bei Adhäsivanwendung dar.

Bei der Präparation des Dentins (Bearbeitung mit Schleifkörpern oder Exkavieren) entsteht außerdem eine **Schmierschicht** auf der Oberfläche, der Smear layer, der zusätzlich die Ausbildung eines stabilen Verbundes erschwert (HALLER 2000). Sie besteht aus Apatit- und Kollagenbruchstücken, die auch die Dentinkanälchen verblocken (PASHLEY 1984). Die Schmierschicht ist mechanisch instabil und bakteriell kontaminiert und gilt als Diffusionsbarriere. Meist wird aus diesem Grund heute eine Entfernung oder Modifizierung des Smear layer angestrebt (PASHLEY et CARVALLHO 1997, NAKABAYASHI 1996).

Wegen der genannten Besonderheiten des Dentins wurden spezielle Dentinadhäsive entwickelt, um die hydrophile Dentinoberfläche stabil mit den hydrophoben Kompositwerkstoffen zu verbinden (PERDIGAO et FRANKENBERGER 2000).

Als Haftmechanismen werden bei der Kunststoff-Dentinhaftung sowohl mikromechanische Verankerungen als auch chemische Verbundmechanismen vermutet. Die mikromechanische Verankerung soll nach Eindringen der Monomere im partiell demineralisierten Dentin durch eine Verzahnung, in freigelegten Kollagenfasern durch eine Verklettung und durch Eindringen in die eröffneten Dentintubuli durch die Zapfenbildung („tags“) erfolgen (TITLEY et al. 1995). Eine zusätzliche Verankerung entstehe durch die Infiltration der Schmierschicht (Van MEERBEEK et al. 1992), sofern diese nicht im Rahmen der Adhäsivanwendung entfernt wurde.

Ein chemischer Verbund kann durch Ionenbindung an Kalzium und kovalente Bindungen ans Kollagengeflecht entstehen (KLAIBER 1998, TOUATI 2001).

Der erste Schritt bei klassischer Anwendung einer Adhäsivtechnik am Dentin ist nach FRANKENBERGER et al. 2000 und SWIFT et al. 1995 die Entfernung der Schmierschicht durch einen Konditionierer (**Conditioner**), also die Vorbehandlung mit einer Säure oder einem Komplexbildner. Durch diese Konditionierung entsteht eine gesäuberte Oberfläche mit freigelegtem Kollagennetzwerk und geöffneten Dentintubuli. Nun erfolgt der Auftrag eines amphiphilen **Primers**, der an die hydrophilen Kollagenfasern anbindet und mit seinem hydrophoben Ende eine Verbindung zum nun folgenden **Bonding** herstellt. Primer und Bonding penetrieren und infiltrieren die demineralisierte Dentinoberfläche, das Kollagennetzwerk und die Dentintubuli.

Dabei bilden Adhäsive und Dentin nach der Lichtpolymerisation in ihrer Interaktionszone eine als **Hybridschicht** bezeichnete Kontaktfläche aus, in der Kunststoffanteile das Kollagen durchdringen und in die eröffneten Dentintubuli eindringen (NAKABAYASHI et al. 1991, NAKABAYASHI 1992). An anderer Stelle wird auch von der „Interdiffusionszone“ gesprochen (Van MEERBEEK et al. 1992).

### 2.2.2 Bestandteile der Adhäsive

Die Einzelkomponenten der Adhäsive zeigen jeweils eine charakteristische chemische Zusammensetzung.

1. Konditionierer: Als Konditionierungsmittel werden verschiedene Säuren verwendet. In der Literatur finden sich meist Phosphorsäurelösungen/-gele, aber auch Zitronensäure, Maleinsäure, Oxalsäure, Salpetersäure oder methacrylierte Phosphorsäureester (TOUATI et al. 2001, HALLER et al. 2000, PASHLEY et CARVALHO 1997). Auch EDTA als Komplexbildner kommt zum Einsatz (RETIEF et al. 1992).
2. Primer: Primer bestehen gemäß PASHLEY et CARVHALO (1997) aus hydrophilen oder amphiphilen Monomeren (HEMA, 4-META), welche in Lösungsmitteln gelöst sind (Aceton, Wasser oder Ethanol). Außerdem können Zusatzstoffe enthalten sein, die das Kollagennetzwerk stabilisieren oder die Lichtpolymerisation initiieren sollen (z.B. Glutaraldehyd).
3. Bonder/Bonding: Diese Substanzen bestehen aus niedrig viskösen Kunststoffen aus ungefüllten Diacrylaten wie Bis-GMA oder UDMA (PERDIGAO et LOPES 1999). Außerdem können Zusätze enthalten sein, die die Eigenschaften verbessern, wie TEGDMA zur Viskositätsminderung oder HEMA für eine bessere Benetzbarkeit (MUNKSGAARD et al. 1985).
4. Kombinationspräparate
  - a) Selbstätzende Primer: Solche Primer enthalten zusätzlich saure Monomere (Maleinsäure-Methacrylate) und Säuren (Maleinsäure). Sie sollen die Schmierschicht auflösen und eine Konditionierung ersetzen. (HALLER 2000, ALBALADEJO et al. 2010)
  - b) Selbstätzende, selbstprimende Bondingmaterialien: Hier werden die Schritte Konditionierung, Priming und Bonding in einem Präparat vereint. Meist liegen zwei



Komponenten mit Stabilisatoren vor, die unmittelbar vor Gebrauch gemischt werden müssen (FREY 2000).

### 2.2.3 Einteilung der Adhäsivsysteme

Die Mechanismen der Dentinhaftung unterliegen einer hohen Sensivität gegenüber Anwendungsfehlern bei den einzelnen Arbeitsschritten (FRANKENBERGER et al. 2001). Durch Fehler im Behandlungsablauf kann der adhäsive Verbund in seiner Festigkeit und Langlebigkeit vermindert werden. Mögliche Ursachen für ein Scheitern stellen z. B. Überätzung oder Übertrocknung der Dentinoberfläche, Kontamination mit Speichel oder Blut, fehlerhafte Einwirkzeit oder Polymerisation von Primern oder Adhäsiven dar.

Die Anfälligkeit für Anwendungsfehler bei Dentinadhäsiven hat in der Dentalindustrie zu einer ständigen Weiterentwicklung geführt, die immer auf verbesserte Haftwerte bei einfacherer und sicherer Anwendung hinzielte. Dabei werden Einzelschritte der klassischen Vorgehensweise zusammengefasst und so die Anzahl der Arbeitsschritte reduziert, um eine einfache, zügige Arbeitsweise im Praxisalltag zu ermöglichen.

Basierend auf der Anzahl der **Arbeitsschritte oder der Komponenten** ergibt sich nach DeMUNCK (2005) eine Möglichkeit der Einteilung der Dentinadhäsive. Dabei wird grundsätzlich zwischen Etch-and-rinse-Adhäsiven, bei denen immer eine Ätzung zur Konditionierung mit Abwaschen des Debris als erster Schritt erfolgt, und den Self-etch-Adhäsiven, die über einen selbstätzenden Primer verfügen, unterschieden (ALBALADEJO et al. 2010). Beim Etch-and-rinse-Verfahren wird der Konditionierer (meist 30 - 40%ige Phosphorsäure) nach seiner Einwirkzeit mit dem Wasserstrahl entfernt und die vorbereitete Fläche mit der Multifunktionsspritze getrocknet. Dann erfolgt das Auftragen der Adhäsive. In dieser Gruppe kann unterschieden werden zwischen Drei-Schritt-Adhäsiven und Zwei-Schritt-Adhäsiven. Bei den Drei-Schritt-Adhäsiven erfolgt nach der Konditionierung die Applikation eines Primers, der verblasen wird, anschließend die Auftragung des Bondings, das verblasen und lichtpolymerisiert wird. Die Zwei-Schritt-Adhäsive vereinen Primer und Bonding in einer Lösung. Die zweite große Gruppierung, die Self-Etch-Adhäsive, verzichtet auf einen alleinigen Konditionierungsschritt, bei ihnen ist der Säureanteil in den Primer integriert. Hier gibt es ein Zwei-Schritt-System, bei dem nach Applikation des selbstätzenden Primers und dessen Verblasen das Bonding aufgetragen wird, und das Ein-Schritt-System, bei dem alle



Einzelschritte in einem Produkt zusammengefasst werden. Hierbei muss das Produkt in der Regel vor Applikation durch Mischen zweier Komponenten aktiviert werden, da die Einzelbestandteile wegen Instabilität nicht in einer Flasche aufbewahrt werden können. Anstatt der Bezeichnung nach Anzahl von Arbeitsschritten („steps“) findet sich auch die Bezeichnung nach Anzahl der Flaschen („bottle“). Abbildung 1 (modifiziert nach DeMUNCK et al. 2005) veranschaulicht die Einteilung der Adhäsive nach Komponenten und Arbeitsschritten.

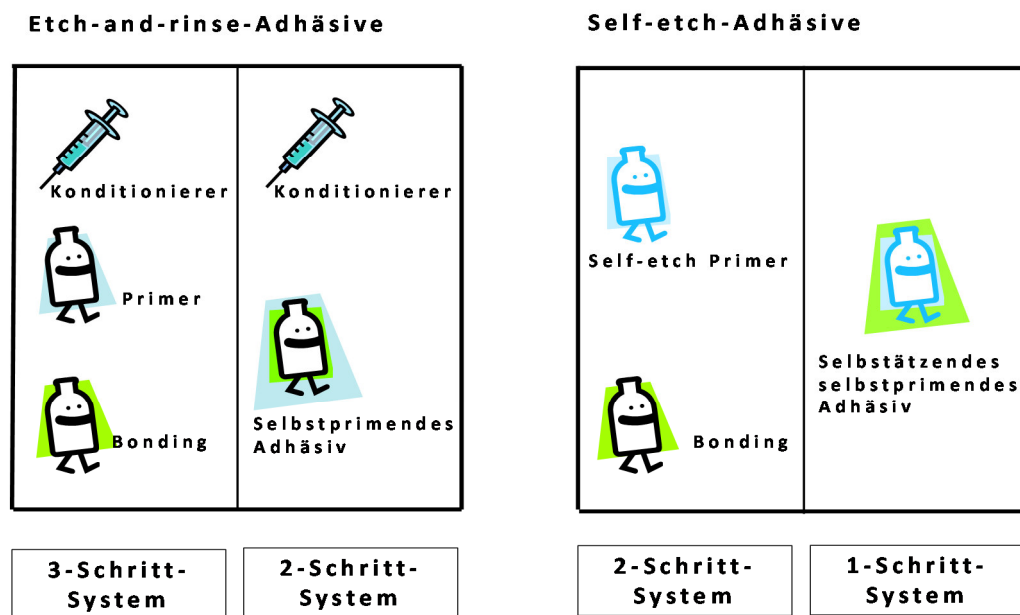


Abbildung 1: Die Einteilung der Adhäsive nach Komponenten und Arbeitsschritten: Im linken Rechteck die Adhäsive der Etch-and-rinse-Gruppe, rechts die der Self-Etch-Gruppe, von links nach rechts 3-Schritt-, 2-Schritt-, 2-Schritt- und 1-Schritt-Adhäsive, entsprechend 3-, 2-, 2-, 1-Flaschen-Adhäsive (modifiziert nach DeMunck et al. 2005).

Eine weitere mögliche Einteilung der Adhäsive erfolgt als **chronologische Unterteilung** gemäß KUGEL et FERRARI (2000) nach ihrer Entwicklungsgeneration. Dabei nutzen die **Adhäsive erster Generation** (Einführung in den 1960er Jahren) an säuregeätztem Dentin bifunktionelle Moleküle, die mit den Calciumionen des Hydroxylapatits interagieren sollten (BRUDEVOLD et al. 1956). BOWEN modifizierte 1965 diesen Ansatz mittels Verwendung eines Methacrylates (NPG-GMA). Ein Ende des Moleküls sollte dabei am Dentin haften, während das andere an den Kompositwerkstoff polymerisieren sollte. Alle Untersuchungen zu den Haftwerten dieser frühen Systeme waren wenig überzeugend (PASHLEY et

CARVALLHO 1997), das Bondingmaterial war aufgrund seiner Hydrophobie nicht in der Lage, in die Dentinkanälchen einzudringen.

**Adhäsive der zweiten Generation** (Einführung in den späten 1970er Jahren) basierten auf Phosphateestern, die Monomere wie HEMA (2-Hydroxyethylmethacrylat) enthalten (GRANDINI et al. 1991). Der Haftmechanismus dieser Adhäsive beruhte auf einer Infiltration des Smear layer, wobei eine ionische Bindung zwischen den negativ geladenen Phosphatgruppen im Adhäsiv mit dem positiven Calcium des Smear layer entstehen sollte. Die Messung der Haftwerte ergab eine deutliche Verbesserung gegenüber Adhäsiven der ersten Generation. Aber auch hier schwächte die Hydrolyse der Phosphatesterbindung die Haftung. Das wässrige Milieu ergab sich einerseits durch den umgebenden Speichel, andererseits durch die Feuchtigkeit aus den Dentintubuli (FREY 2000).

Mit Einführung der **Adhäsive der dritten Generation** in den 1980er Jahren kam die Erkenntnis auf, dass eine Umstellung des Dentins von hydrophil auf hydrophob zur Anbindung an apolare Bondingmaterialien erfolgen musste, und man begann, den Smear layer zu entfernen bzw. zu modifizieren. Dabei wurde der Klebevorgang in Einzelschritte unterteilt. Zunächst erfolgte die selektive Ätzung der Schmelzränder mit 30-40%iger Phosphorsäure und nachfolgendem Absprühen. Das Dentin wurde mittels selbstätzenden Primern konditioniert (z.B. Zusatz von 1-4%iger Maleinsäure), wodurch der Smear layer teilweise aufgelöst und oberflächliche Dentinbereiche demineralisiert wurden. Durch das Verdunsten des Primers fiel die aufgelöste Schmierschicht teilweise wieder aus und wurde in die Hybridschicht integriert. In das freigelegte Kollagen und die Dentinstrukturen konnte das Bondingmaterial einfließen. Erstmals erreichte man somit tolerable Haftwerte und eine bessere Dentinversiegelung. Allerdings war die Bondinghaftung an den Smear layer bedeckten Dentinbereichen immer noch sehr schwach, da die aufgetragenen Adhäsive die Schmierschicht nicht durchdringen konnten (TAO et al. 1988). Zusätzlich ergab sich durch die aufwendige und techniksensitive Anwendung (FRANKENBERGER et al. 2000) der Bedarf nach Weiterentwicklung.

**Adhäsive der vierten Generation** wurden in den frühen 1990er Jahren eingeführt. In dieser Generation wurde der Smear layer komplett entfernt. FUSAYAMA et al. (1979) behandelten Schmelz und Dentin mit 40%iger Phosphorsäure, was jedoch das Dentin überätzte und zum Kollaps der Kollagenfibrillen führte. 1982 prägten NAKABAYASHI et al. den Begriff der Hybridschicht als Interaktionszone der demineralisierten dentalen Hartgewebe mit den infiltrierenden Monomeren, die durch Polymerisationsvorgänge aushärtet. Die Nutzung der Total-Etch-Technik war Hauptansatz der vierten Generation von Adhäsiven (KANCA 1991), wobei die Konditionierung von Schmelz und Dentin durch Phosphorsäure 15-20 s nicht

überschreiten sollte. Die geätzte Dentinoberfläche musste dabei feucht bleiben, um einen Kollaps des Kollagennetzwerkes zu vermeiden („Wet Bonding“, KANCA 1991). Aufgebrachter hydrophiler Primer infiltrierte in das freigelegte Kollagennetz und formte die Hybridschicht. Zapfenbildung in den Dentintubuli in Form von sog. „Tags“ vervollständigte den Haftverbund (TITLEY et al. 1995), wobei gerade Querverzweigungen und Anastomosen der Tubuli die Haftkraft erhöhten (CHAPPELL et al. 1994). In der Praxis stellt das „Wet Bonding“ allerdings eine Hürde dar, da das geforderte „feuchte Dentin“ im klinischen Bereich von zu trockenem bis zu nassem Dentin schwierig zu definieren ist, aber entscheidenden Einfluss auf die Haftwerte hat (KANCA 1996). GWINNETT beschrieb 1994 aus diesem Grund die Technik des „Rewetting“, des Wiederbefeuchtens des Dentins zur Verbesserung der Haftkraft. Zur Reduktion der Arbeitsschritte und zur Vereinfachung des Arbeitsablaufs und um vor allem die Gefahr des Dentinkollapses zu minimieren, wurde die **fünfte Generation der Adhäsive** entwickelt. Bei dieser traten forciert zwei neue Ansätze in der Adhäsivtechnik auf: die „Ein-Flaschen-Systeme“, bei der nach Anätzen von Dentin und Schmelz eine Mischlösung aus Primer und Bonding aufgebracht wurde, und die „Selbstätzenden Primer“, die durch einen Säurezusatz (z. B. Maleinsäure) im Primer ein separates Ätzen und Absprühen überflüssig machten (WATANABE et al. 1993). Bei den selbstätzenden Primern waren die erreichten Haftwerte ausreichend, aber schwächer als nach konventionellem Ätzen (FERRARI et al. 1997). Die **Adhäsive der sechsten Generation** wurden in den späten 90ern und verstärkt ab 2005 eingeführt. Der Hauptansatz hier war die Verwendung von Ein-Flaschen-Adhäsiven mit der Möglichkeit der Konditionierung, des Primings und des Bondings an Schmelz und Dentin in nur einem Schritt, was eine entscheidende Vereinfachung und Zeitersparnis bedeutete. Häufig machte aber die Instabilität einzelner Bestandteile eine Aufbewahrung in nur einer Flasche unmöglich, die Komponenten mussten unmittelbar vor der Verwendung gemischt werden (FREY 2000).

#### **2.2.4 Verwendung von Adhäsiven im Wurzelkanal**

Der Einsatz adhäsiver Werkstoffe beschränkt sich nicht auf koronale Bereiche der Zähne, sondern hat auch den Weg in den Wurzelkanal gefunden. 2003/2004 wurden erstmals mit Einführung von Wurzelfüllmaterialien auf Polyesterbasis neue Behandlungsperspektiven aufgezeigt (TEIXEIRA et al. 2004). Zur Verbesserung von Haftfestigkeit und Versiegelungseigenschaften der Obturationsmaterialien wurde 2003 das thermoplastische Material Resilon auf Polyesterbasis eingeführt. In-vitro-Untersuchungen von SHIPPER et al.

(2004) zur Dichtigkeit von Resilon im Vergleich zu Guttapercha in Kombination mit AH 26 zeigten eine signifikant bessere Abdichtung des Wurzelkanals nach Anwendung von Resilon sowohl bei der vertikalen als auch bei der horizontalen Kondensation. Mittlerweile sind u.a. die Produkte Epiphany (Jeneric/Pentron, Kusterdingen), Real Seal (Sybron Endo, Orange, USA) und Next (Heraeus Kulzer/Hanau) erhältlich. Die Wurzelkanalobturation mit diesen adhäsiven Sealern soll das Kanalsystem per Bonding und Kompositmaterialien bakteriendicht versiegeln und die Zahnwurzel adhäsiv stabilisieren. TEIXEIRA prägte dabei den Begriff „Monoblock“, der nach Polymerisation aus dem adhäsiven Verbund zwischen dem niedrigviskösen Sealer und dem Kernmaterial entstehen sollte. TAY et PASHLEY stellten 2006 die realistische Erreichung eines Monoblocks im Wurzelkanalsystem in Frage. BEER et al. (2011) werteten die in den letzten Jahren entwickelten adhäsiven Wurzelfüllmaterialien auf Kompositbasis als Versuch, den Obturationsmaterialien eine grundlegende Neu- und Weiterentwicklung zukommen zu lassen.

Alle Systeme bestehen aus einem selbstätzenden Primer auf Wasser-Basis (funktionelles Monomer, HEMA, Polymerisationsinhibitoren), einem dualhärtenden Sealer (BisGMA, ethoxyliertes BisGMA, UDMA und einem Fülleranteil von ca. 65Gew.%). Die Resilon-Stifte werden in denselben Größen und Konizitäten wie die Guttaperchaspitzen angeboten und sollen gemäß BARNETT et al. (2004) ein ähnliches Verarbeitungs- und Revisionsverhalten wie Guttapercha aufweisen.

Ein anderer Ansatz zur adhäsiven Wurzelfüllung ist das System EndoRez (Ultradent Products, Inc., South Jordan, UT, USA), das einen fließfähigen, dual härtenden, methacrylat-basierten Sealer an kunststoffbeschichtete Guttapercha-Spitzen bindet. Durch die Beschichtung aus 10-15µm Polybutadien-Diisocyanat-Methacrylat erfolgt die Verbindung des Polyisoprens der Guttapercha zum Methacrylat im Sealer über bifunktionelles Diisocyanat, das über eine hydrophobe Gruppe einerseits an das Polyisopren der Guttapercha bindet und über eine hydrophile Methacrylatgruppe andererseits den Verbund zum Sealer vermittelt. Auch ohne Säurevorbehandlung des Wurzeldentins kommt es mit dem hydrophilen Sealer zu einer ausgeprägten Ausbildung von Tags in den Dentinkanälchen und einer Hybridschicht (TAY et al. 2005, BERGMANS et al. 2005). Die Hydrophilie wird gemäß Angaben des Herstellers durch den Zusatz von Phosphateestern erreicht. Das Material wird mittels der lateralen Kondensationstechnik oder der Einstift-Technik verarbeitet.

Besonders im Bereich des Stiftaufbaus endodontisch behandelter Zähne kam es durch die Einführung von dentinadhäsiven Materialien zur Etablierung neuer Methoden. Bei der endodontischen Behandlung eines Zahnes kommt es durch Karies, die Trepanation sowie Darstellung der Kanaleingänge und die Kanalaufbereitung zu einem Verlust von Zahnhartsubstanz. Außerdem ändert die Zahnhartsubstanz nach der Wurzelbehandlung ihre Eigenschaften durch Feuchtigkeitsverlust, Alteration der Dentinhärte, Änderungen der Kollagenquervernetzung und der Mechanorezeptoren. Gemäß REEH et al. (1989) bleiben bei einem endodontisch behandelten Zahn mit einer mod-Kavität noch 35% seiner Festigkeit übrig, wenn ein unbehandelter Zahn mit 100% definiert ist. Gemäß den Empfehlungen der DGZMK (2003) zum Aufbau endodontisch behandelter Zähne sollte bei einem starken Destruktionsgrad zusätzliche Retention für die Aufbaufüllung durch einen Stift geschaffen werden. Dabei wird der Stift passiv in dem bereits mittels Wurzelfüllung versorgten Kanal verankert, nachdem durch Normbohrung eine formkongruente Kavität geschaffen wurde. Andere, aktive Systeme arbeiten mit Schrauben, die in den Kanal eingeschraubt werden.

Bei der Auswahl der Befestigungsmaterialien für passive Stifte stehen sich konventionelle Zemente (Zinkoxid- und Glasionomerezemente) und adhäsive Befestigungskomposite gegenüber, die den Stift mit dem Wurzelkanaldentin verkleben. Dabei kommt es zu einem chemischen Verbund zwischen Befestigungsmaterial und dem Substrat Wurzelentin. An der Kontaktfläche zwischen Adhäsivmaterial und Zahnhartsubstanz muss sich das hydrophobe Komposit mit dem tendenziell hydrophilen Dentin verbinden, ein Vorgang, der bereits in gut zugänglichen Arealen diffizil und techniksensitiv ist. In der Tiefe des Wurzelkanals stellt der adhäsive Verbund eine große Herausforderung dar (MENDOZA et al. 1997). Der Verbund des adhäsiven Zementes mit der Stiftoberfläche benötigt ebenfalls eine Vorbehandlung, sodass auch hier reaktive Bindungspunkte zur Anhaftung des Zementes zur Verfügung stehen. Gelingt es, einen dauerhaften und zuverlässigen Klebeverbund herzustellen, so bilden Zahnwurzel, Befestigungskomposit und Stiftaufbau einen Monoblock (TEIXEIRA 2004). Bei der Aushärtung der adhäsiven Befestigungszemente unterscheidet man wie bei den allen adhäsiven Werkstoffen der Zahnmedizin prinzipiell drei Arten der Polymerisation.

1. Photopolymerisation: Die Aushärtungsvorgänge werden durch die Polymerisationslampe mit Licht einer Wellenlänge von 380-500 nm in Gang gesetzt.
2. Chemische Polymerisation: Die Aushärtung selbsthärtender Zemente wird durch das Vermischen zweier Komponenten unmittelbar vor Verwendung initialisiert, die miteinander chemisch reagieren.

3. Duale Polymerisation: Die kombinierte oder duale Polymerisation kombiniert Photopolymerisation und chemische Polymerisation.

Während die Photopolymerisation schneller abläuft, hat die chemische Polymerisation Vorteile in schwer zugänglichen Bereichen, wo nicht genügend Lichtenergie zugeführt werden kann. Die Kombination beider Polymerisationsarten hat gerade im nach apikal hin schwer zugänglichen Wurzelkanal entscheidende Vorteile. FOXTON et al. wiesen 2003 nach, dass rein chemisch ausgehärtete Dualzemente eine vergleichsweise geringe Konversionsrate und schlechtere mechanische Eigenschaften haben. Aus diesem Grund sollte auf eine zusätzliche Lichtzufuhr nicht verzichtet werden. Zu einem ähnlichen Ergebnis kamen auch ZHANG et al. (2008).

## 2.3 Fragestellung

Ziel der vorliegenden In-vitro-Studie war es, die Möglichkeiten und Grenzen der Verwendung von Adhäsivsystemen an den Innenwänden von Wurzelkanälen nach der Wurzelkanalaufbereitung zu untersuchen.

Folgende Fragestellungen wurden dabei bearbeitet:

1. Ist eine mikroretentive Verbindung von Adhäsivsystemen im Wurzelkanal möglich und nachweisbar?
2. Ist eine farbdichte Versiegelung der Wurzelkanalinnenwände mit Adhäsivsystemen möglich?
3. Welche Schwierigkeiten ergeben sich bei der Anwendung dentinadhäsiver Systeme im Wurzelkanal aus technischer Sicht?

### 3 Material und Methode

#### 3.1 Material und Methode zu Teil 1: Anwendung von Adhäsivsystemen im Wurzelkanal – REM-Analyse

Zur Untersuchung wurden 6 extrahierte humane Zähne ausgewählt, die einwurzelig und einkanalg waren und eine möglichst gerade Kanalkonfiguration ohne Obliterationen oder andere anatomische Besonderheiten aufwiesen.

Eine schematische Darstellung des Versuchsablaufs ist in Abbildung 2 dargestellt.

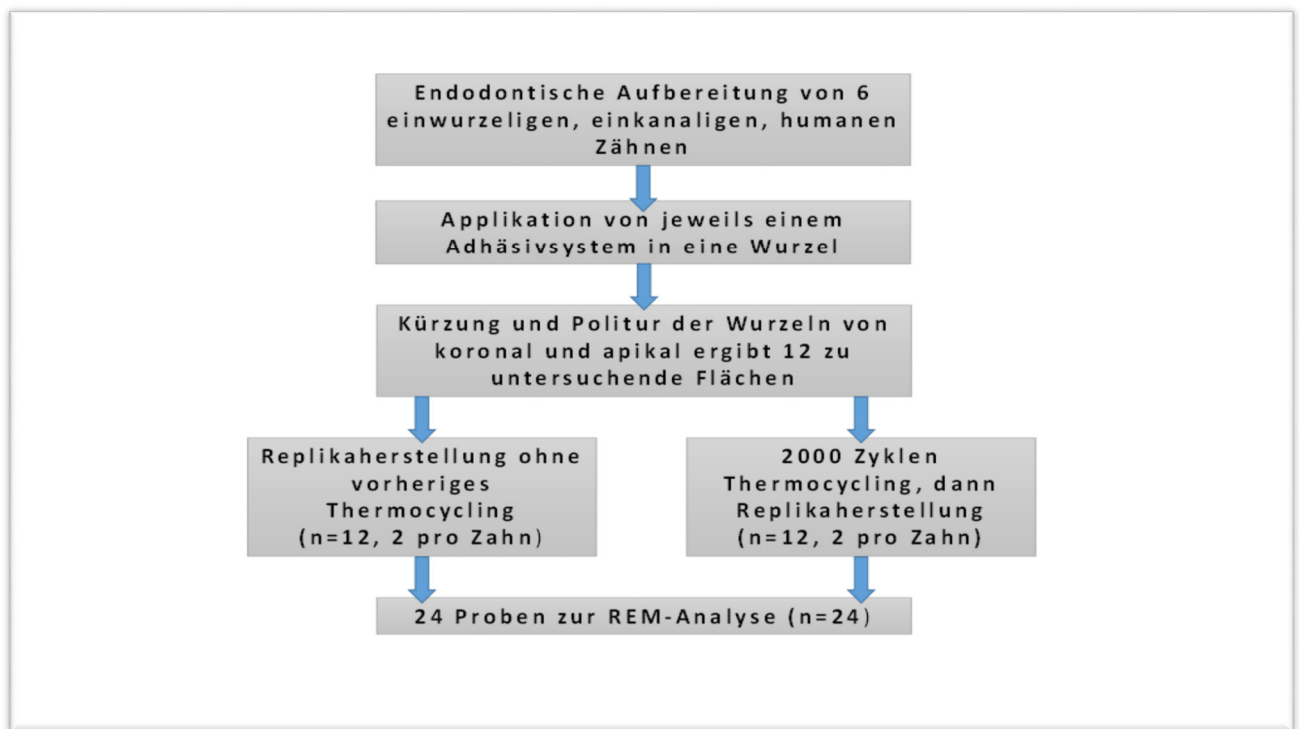


Abb. 2 Schematischer Ablauf Probenherstellung zur REM-Analyse

Von den ausgewählten Zähnen wurden nach 24-stündiger Lagerung in Natriumhypochlorit (NaOCl) zur chemischen Entfernung sämtlicher desmodontaler Residuen die Kronen auf Höhe der Schmelz-Zement-Grenze mittels rotierendem Sägeblatt abgetrennt und damit das Pulpakavum eröffnet. Erneut erfolgte eine 24-stündige Lagerung in Natriumhypochlorit zur chemischen Lösung des Pulpagewebes. Nun wurden die Wurzelkanäle der Zähne maschinell aufbereitet: Mit dem E-Master-System und Flexmasterfeilen wurden die Kanäle aufbereitet,



wobei das Durchtreten der Feile der Iso-Größe 35 durch den anatomischen Apex als Endpunkt der Aufbereitung gewertet wurde. Nach jedem Feilenwechsel wurde der Kanal mit 5 ml Aqua dest. und 5 ml NaOCl gespült, um den Smear layer zu entfernen. Verwendet wurden dabei stumpfe Spülkanülen und 5 ml Einwegspritzen.

Es folgte die manuelle Aufbereitung mit Hedstroemfeilen bis zur ISO-Größe 45 apikal, wobei der Kanal durch Circumferential Filing zirkulär konisch aufbereitet wurde, um eine gut einsehbare Kanalkonfiguration zu erhalten. Auch hier wurde nach jedem Feilenwechsel gespült wie oben beschrieben. Abschließend wurde mit 10 ml NaOCl und nochmals mit 10 ml Aqua dest. gespült.

Die Trocknung des Kanallumens erfolgte mittels Applikation von Luft aus der Mehrfunktionsspritze von koronal für 20 s. Dann wurden einzelne Papierspitzen der ISO-Größe 45 in den Kanal solange eingeführt und wieder entfernt, bis diese optisch trocken waren.

Die so vorbereiteten Wurzeln wurden mit den 6 ausgewählten Adhäsivsystemen beschickt.

**Generelles Vorgehen:** Zur **Applikation der Adhäsive** in die Tiefe des Kanals wurden oben erwähnte Spülkanülen auf die Adhäsivflaschen aufgebracht. Die **Benetzung der Wurzelkanalwände mit den Adhäsiven** wurde folgendermaßen ermöglicht: Nach Einbringen des Adhäsivs in den Wurzelkanal (optische Kontrolle: Austreten über den Apex) wurde es zunächst soweit erreichbar mit einem Microbrush extrathin und danach mit einer Papierspitze (ISO-Größe 45) an den Kanalinnenwänden mechanisch eingerieben. Bei allen Präparaten dauerte dieser Vorgang 30 s. Dann wurde das Adhäsiv mittels Mehrfunktionsspritze von koronal 30 s **verblasen** und abschließend von koronal **lichtpolymerisiert** (Polymerisationslampe Elipar freelight). Während der Lichtpolymerisation wurden die Wurzelaußenwände vor Lichteinstrahlung geschützt, um den Sitz der Wurzel im Zahnfach zu simulieren. Dazu wurden aus 2 mm dickem, schwarzem Moosgummi Scheiben mit einem Durchmesser von 4 cm ausgeschnitten. Diese Scheiben wurden zentral auf einer Länge von 0,5 cm geschlitzt. Durch diesen Schlitz wurde die Zahnwurzel mit dem Apex voraus geschoben, bis die Moosgummischeibe wie eine Manschette im Bereich der Kronen-Wurzelgrenze anlag. Diese Scheibe erleichterte nicht nur die Handhabung der Wurzeln, sondern verhinderte auch den Einfall von Polymerisationslicht von außen auf die Wurzelwände. Die Dauer der Lichtpolymerisation wurde bei allen Adhäsiven auf 40 s festgesetzt.

Je nach Adhäsivsystem erfolgte die Anwendung entsprechend der Herstellerangaben. Es wurden in den sechs Wurzeln folgende Systeme verwendet:



Wurzel 1: Optibond FL, Kerr Dental, KerrHawe, Bioggio, Schweiz

Wurzel 2: Clearfill SE, Kuraray GmbH, Hattersheim am Main

Wurzel 3: Clearfill S3, Kuraray GmbH, Hattersheim am Main

Wurzel 4: IBond Gluma inside, Heraeus Kulzer GmbH, Wehrheim

Wurzel 5: AdheSE Dual Cure, Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein

Wurzel 6: AdheSE Dual Cure wie Wurzel 5, Anwendung **ohne** Lichtpolymerisation

#### Ad Wurzel 1

**Optibond FL** ist ein Zwei-Komponenten-Adhäsiv für die Total-Etch-Technik. Zunächst wurde in die vorbereiteten Wurzelkanäle 35%ige Phosphorsäure (Kerr Gel Etchant) mittels Applikationsspritze eingebracht. Nach einer Einwirkzeit von 20 s wurde mit 10 ml Aqua dest. der Wurzelkanal gespült, dann erfolgte erneut eine Trocknung wie oben beschrieben. Nun wurde zunächst der Primer eingebracht, eingearbeitet und verblasen, dann das Bonding eingebracht, verblasen und polymerisiert.

#### Ad Wurzel 2

**Clearfill SE** gehört zur Gruppe der Self-Etch-Adhäsive. Zunächst wurde der Primer in den Wurzelkanal appliziert und verblasen. Nun folgte das Bonding, nach dem erneuten Verblasen dann die Lichtpolymerisation.

#### Ad Wurzel 3

**Clearfill S3** ist ein One-bottle-Adhäsiv. Das Produkt wurde in den Wurzelkanal eingebracht, verblasen und lichtgehärtet.

#### Ad Wurzel 4

Auch **IBond Gluma inside** zählt zu den One-bottle-Adhäsiven. Das Produkt wurde in den Wurzelkanal eingebracht, verblasen und lichtgehärtet.

#### Ad Wurzel 5 und Wurzel 6

**AdheSE Dual Cure** ist ein selbsttätzendes Zweiflaschen-Adhäsiv. Die Besonderheit ist die Möglichkeit der Dualhärtung bei Verwendung des AdheSE DC Aktivators, was gerade in der Tiefe des Wurzelkanals eine Entkopplung von der Notwendigkeit der Lichtpolymerisation ermöglicht.

Für die Adheseprodukte wurden zwei Proben angefertigt. Bei beiden wurde wie beschrieben zunächst der Primer in die Wurzeln eingebracht und verblasen. Dann wurde gemäß Benutzungsanweisung der DC Aktivator mit dem AdheSE Bond im Verhältnis 1:1 vermischt und das somit aktivierte Bonding in die Wurzel eingebracht und verblasen. Bei **Wurzel 5** wurde die Lichtpolymerisation von koronal durchgeführt. Bei **Wurzel 6** wurde auf die Lichtpolymerisation gänzlich verzichtet. So sollte eine Vergleichsmöglichkeit für den Einfluss der Lichtpolymerisation auf den Grad der Aushärtung gegeben werden, was gerade im apikalen Bereich eine entscheidende Bedeutung hat. Tabelle 1 zeigt die Adhäsivsystemauswahl.

Tabelle 1: Auswahl der Adhäsivsysteme zu Teil 1

Material	Hersteller <i>Firmensitz</i>	Kategorie <i>Polymerisationsart</i>	LOT- Nummer	Chemische Zusammensetzung (Hauptbestandteile)
1. Optibond FL®	Kerr Dental, KerrHawe <i>Bioggio Schweiz</i>	Zwei-Flaschen- Adhäsiv für Total- Etch-Technik <i>Photopolymerisation</i>	Primer: 418913 Adhesive: 422657	<b>Primer:</b> HEMA, Ethylalkohol  <b>Adhesive:</b> HEMA, Dinatrium- Hexafluorosilika, Methacrylatester, inerte Füller
2. Clearfill SE®	Kuraray Europe GmbH <i>Hattersheim am Main</i>	Zwei-Flaschen- Adhäsiv für Self- Etch-Technik <i>Photopolymerisation</i>	Set: 41655 Primer: 00869A Bond: 01276A	<b>Primer:</b> MDP, HEMA, Hydrophiles Dimethacrylat, dl- Campherchinon, N,N- Diethanol-p-Toluidin, Wasser <b>Bond:</b> MDP, Bis-GMA, HEMA, hydrophiles Dimethacrylat, dl- Campherchinon, N,N- Diethanol-p- Toluidin, Kolloides Siliziumoxyd
3. Clearfill S3®	Kuraray Europe GmbH <i>Hattersheim am Main</i>	Ein-Flaschen- Adhäsiv für Self- Etch-Technik <i>Photopolymerisation</i>	Set: 41163 Bond: 00118A	MDP, Bis-GMA, HEMA hydrophobes Dimethacrylat, dl- Campherchinon, Ethylalkohol, Wasser, kolloidales Siliziumoxyd
4. I Bond Gluma inside®	Heraeus Kulzer GmbH <i>Wehrheim</i>	Ein-Flaschen- Adhäsiv für Self- Etch-Technik <i>Photopolymerisation</i>	020134	Ethanol, HEMA, Polymethacryl-oligo- acrylsäure, 4-META, Glutaral
5. AdheSE® Dual- Cure <i>Anwendung mit Lichtpolymerisation</i>	Ivoclar Vivadent AG <i>Schaan Liechtenstein</i>	Zwei-Flaschen- Adhäsiv für Self- Etch-Technik <i>duale Polymerisation</i>	Set: L42052 Primer: L30361 Bond: L30290 Activator: L28890	<b>Primer:</b> Dimethacrylat , Phosphorsäureacrylat, Initiatoren und Stabilisatoren in wässriger Lösung <b>Bond:</b> HEMA, Dimethacrylate, Siliziumdioxid, Initiatoren und Stabilisatoren <b>Activator:</b> Initiatoren und Lösungsmittel
6. AdheSE® Dual- Cure <i>Anwendung ohne Lichtpolymerisation</i>				

Die so vorbehandelten Zahnwurzeln wurden am Poliermotor mittels rotierender Scheiben von koronal und apikal um 3 mm gekürzt (600er Körnung) und die Schnittflächen dann poliert (4000er Körnung). Es ergaben sich 12 zu untersuchende Flächen, die im REM analysiert werden sollten. Zur REM-Betrachtung wurden Replikamodelle wie unten beschrieben hergestellt. Abbildung 3 zeigt die Herstellung der Replika schematisch.

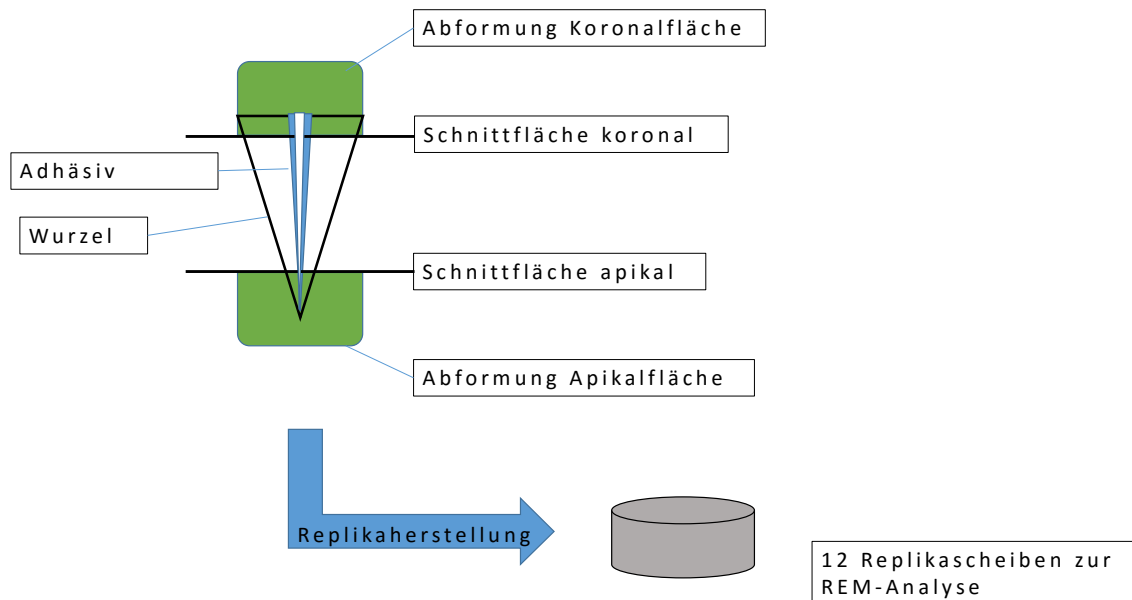


Abb. 3 Schema der Replikaherstellung zur REM-Analyse

Zur Entfernung des Smear layer an den gekürzten und polierten Wurzeln wurde auf jede Fläche 35%ige Phosphorsäure (Kerr Gel Etchant) für 5 s appliziert, die dann mittels Wasser-Luft-Gemisch aus der Multifunktionsspritze 30 s lang abgesprüht wurde. Nun wurden die Flächen 30 s lang mit dem Luftstrahl aus der Multifunktionsspritze getrocknet. Die so vorbereiteten Flächen wurden mit dem Abformmaterial President plus (ISO 4823, Type 3 light body von Coltène Whaledent, Altstätten, Schweiz), einem Polyvinylsiloxan, zunächst dünn bedeckt, indem eine feine Schicht verblasen wurde, dann dick bedeckt. Nach 4 min wurden die erhärteten Abformmaterialkappchen von den Wurzelflächen abgehoben. Nach 30 Minuten Lagerung bei Raumtemperatur wurden die Abformungen mit dem Epoxidharz Stycast (Emerson and Cumming, Henkel Adhesives, Düsseldorf) ausgegossen. Es entstanden 12 Replikascheiben. Die 6 abgeformten Zahnwurzeln wurden nun einer thermischen Wechselbelastung im Thermocycler (Willytec V.2.8, Fa. SD-Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Deutschland) ausgesetzt. Zwecks künstlicher Alterung der Proben wurden die Wurzeln über 2000mal thermisch wechselbelastet. Die Wurzeln wurden in ein geschlossenes, feinmaschiges

Metallsieb gegeben. Mithilfe einer Schwenkvorrichtung wurde das Sieb mit den Wurzeln für 30 s in 2 °C kaltes, destilliertes Wasser getaucht und dann herausgehoben. Nach einer Abtropfzeit von 5 s wurde das Sieb in ein Warmbad eingetaucht, in dem destilliertes Wasser dauerhaft auf 60 °C gehalten wurde. Die Wurzeln verblieben im Warmbad ebenfalls 30 s lang. Wieder folgte eine Haltezeit von 5 s nach Herausheben und der Vorgang begann von vorne. Er wiederholte sich 2000mal. Von den Wurzeln erfolgte nach Thermocycling ebenfalls die Replikaherstellung wie in Abbildung 3 beschrieben. Es lagen nun insgesamt 24 Replikamodelle vor.

Zur rasterelektronenmikroskopischen Analyse wurden die Replikamodelle mit „Leit-C“ (Fa. PLANO GmbH, Wetzlar, Deutschland) auf Probenteller aus Aluminium aufgeklebt. „Leit-C“ ist ein schnelltrocknender, leitfähiger Kleber auf Graphitbasis, der auf die Probenteller aufgetragen wird und eine zügige Adaptation der Proben auf dem Teller ermöglicht. Bei der Objektpositionierung der Replika wurde darauf geachtet, dass die Ausrichtung der zu untersuchenden Fläche parallel zur Horizontalebene des Tellers erfolgte, um eine vergleichende Untersuchung mehrerer Teller ohne Änderung der Achsneigung zu ermöglichen. Die Proben wurden nun in einer Sputteranlage (Polaron Equipment Ltd. – Quorumtechnologies, Newhaven/UK) mit einer Leitschicht aus Platin bedeckt, ein Vorgang, der als „Sputtern“ bezeichnet wird.

Zur Untersuchung der vorbereiteten Proben wurde ein Rasterelektronenmikroskop des Typs Quanta 200 HV (Fa. Fei Company, Eindhoven/Netherlands) verwendet. Jede Probe wurde im Hinblick auf Vorhandensein, Dicke und Homogenität der Hybridschicht in der Interaktionszone Adhäsiv – Wurzeldentin und im Hinblick auf die Qualität der Adhäsivschicht untersucht. Dabei wurden folgende Parameter berücksichtigt:

1. Hybridschichtausbildung
2. Ausbildung von Bonding Tags
3. Fehlstellen.

Repräsentative, charakteristische Areale wurden bei 200 bis 3000facher Vergrößerung digital fotografiert und gespeichert.

## **3.2 Material und Methode zu Teil 2: Dichtigkeit von adhäsiven Wurzelkanalversiegelungen im Farbpenetrationsversuch**

### **3.2.1 Material und Methode der Vorversuche**

#### **3.2.1.1 Material und Methode der Vorversuchsreihe 1: Penetrationsversuche mit aufbereiteten Wurzelkanälen extrahierter humaner und boviner einwurzeliger Zähne**

Zur Untersuchung wurden 8 extrahierte humane Zähne ausgewählt, die einwurzelig und einkanalig waren und eine möglichst gerade Kanalkonfiguration ohne anatomische Besonderheiten aufwiesen. Die Zähne waren ungefüllt und unbeschliffen. Sechs dieser Zähne erschienen klinisch „jung“, das heißt ohne Zeichen massiver Verfärbung oder inzisale Abrasion. Zwei dieser Zähne erschienen klinisch „alt“, das heißt sie waren stark verfärbt und koronal abradiert. Zusätzlich wurden 2 extrahierte Zähne junger Rinder ausgewählt, die ebenfalls einwurzelig, einkanalig und gerade konfiguriert waren. Die Aufbereitung der 10 Zähne erfolgte auch hier wie in 3.1 (vgl. Seite 20ff) beschrieben. Nach Vorbereitung, Aufbereitung und Trocknung der Zähne wurden bei zwei klinisch jungen, humanen Zähne die Wurzeloberflächen mit Ätzelgellack beschickt und nach 60 s abgesprüht, um jegliche Gewebereste zu entfernen. Sie wurden mit S1 und S2 bezeichnet. Der gleiche Vorgang wurde bei den Rinderzähnen R1 und R2 vorgenommen.

Bei zwei anderen klinisch jungen, humanen Zähnen wurden die Wurzeloberflächen mit einem groben Gummipolierer (Typ Brownie) poliert. Sie wurden mit P1 und P2 bezeichnet. Die Wurzeloberflächen der anderen beiden klinisch jungen und der klinisch alten Wurzeln blieben unbehandelt. Sie wurden mit VZ1 und VZ2 (für Vergleichszahn) und O1 und O2 (für oblitteriert) bezeichnet.

Das Foramen apicale wurde mit durchsichtigem Nagellack verschlossen. Die Dichtigkeit des apikalen Verschlusses wurde wie folgt überprüft: destilliertes Wasser wurde mittels Kanüle in das Kanallumen eingebracht und nun auf einer Lage saugfähigem Papier überprüft, ob apikal Wasser austrat. War dies nicht der Fall, galt die Probe als apikal abgedichtet. War ein Wasseraustritt optisch erkennbar, wurde erneut Nagellack aufgetragen und der Test wiederholt, bis die Wurzel apikal abgedichtet war.

Zylindrische Glasstandgefäße mit einer Höhe von ca. 4 cm und einem Durchmesser von 1,5 cm wurden mit destilliertem Wasser gefüllt bis 2 mm unterhalb der oberen Glaskante. Aus schwarzem Moosgummi hergestellte Scheiben, die bereits in 3.1 beschrieben wurden, dienten

auch hier als Haltevorrichtung für die Wurzeln. Die Wurzeln wurden in die Moosgummischeiben eingesteckt. Diese wurden auf die Standgefäße aufgelegt, sodass die Wurzeln frei im destillierten Wasser hingen. Nun erfolgte von koronal die Befüllung des Kanals mit Methylenblaulösung (0,5%), die mit einer Luerlock-Spritze mit stumpfer Kanüle tief in den Kanal gespritzt wurde, bis die Lösung die Oberkante des Wurzelkanaltrichters erreichte. Die 10 Wurzeln im Wasserglas wurden bei Raumtemperatur aufbewahrt. Täglich zweimal wurde der Pegel der Methylenblaulösung kontrolliert und von koronal nachgefüllt, wenn er durch Penetrations- oder Verdunstungsvorgänge gesunken war. Das Wasser wurde täglich auf optische Blaufärbung kontrolliert.

### **3.2.1.2 Material und Methode der Vorversuchsreihe 2:** Penetrationsversuche mit aufbereiteten, bovinen Wurzelkanälen nach Vorbehandlung mit Adhäsiven

10 extrahierte Zähne junger Rinder wurden ausgewählt, die einwurzelig, einkanalg und gerade konfiguriert waren. Die Aufbereitung erfolgte nach bekannter Methodik (vgl. 3.1, Seite 20 ff). Der apikale Verschluss erfolgte nicht mit Nagellack sondern mit Flow Composite, das wie folgt aufgebracht wurde: Die Wurzelspitze wurde angeätzt und mit Optibond FL gemäß Verarbeitungsregime vorbereitet. Nun wurde ein Flow Composite als apikale Abdichtung aufgebracht und mit einem Heidemannspatel adaptiert. Abschließend erfolgte die Lichtpolymerisation. Die Kanalinnenwände der so abgedichteten Wurzeln wurden mit verschiedenen Adhäsivsystemen behandelt, die bereits in Teil 1 verwendet wurden. Zwei Wurzeln blieben als Referenzen unbehandelt, 2 wurden mit Optibond FL beschickt, 2 mit Clearfill SE und 2 mit Clearfill S3. Die beiden letzten Wurzeln wurden mit Adhese mit Aktivator vorbehandelt, wobei bei einer mit und bei einer ohne Lichtpolymerisation von koronal gearbeitet wurde. Die Adhäsive wurden gemäß Herstellerangaben und mittels den in Teil 1 beschriebenen Hilfsmitteln verarbeitet. Die 10 Wurzeln wurden mittels Moosgummischeiben in Gläser mit destilliertem Wasser gehängt. Nun wurde von koronal Methylenblaulösung ins Lumen eingefüllt. Alle zwölf Stunden wurde die Lösung nachinfundiert. Die Gläschen wurden bei Raumtemperatur aufbewahrt. Zum Schutz gegen Verdunstungsvorgänge wurde eine Schicht Parafilm aufgelegt. Der Beobachtungszeitraum betrug zwei Wochen. Dabei wurde auf eine sichtbare Blaufärbung des Wassers vor einem weißen Hintergrund (Blatt Papier) geachtet.

### **3.2.1.3 Material und Methode der Vorversuchsreihe 3:** Photometrischer Nachweis von Methylenblau in bestimmten Konzentrationen in wässriger Lösung

Der Nachweis von Methylenblaulösung im Wasser erfolgte bisher nur rein visuell als Sichtkontrolle vor weißem Papier. Mittels Vorversuch 3 wurde ein Nachweis geringster, mit dem Auge nicht wahrnehmbarer Mengen von Methylenblau erarbeitet.

Methylenblaulösung wurde mittels einer Verdünnungsreihe in Konzentrationen von 1:5 bis 1:50000 hergestellt. Die Ausgangslösung stellte 0,5%iges Methylenblau dar. Mittels seriellen Verdünnens wurden die verschiedenen Verdünnungsstufen durch jeweiliges Verdünnen der vorangegangenen Verdünnungsstufe hergestellt. Die einzelnen Verdünnungsstufen wurden photometrisch analysiert. Dabei kam das Nano Drop Photometer ND-1000 Spectrophotometer V3.5 (Fa. NanoDrop Technologies, Washington, USA) zum Einsatz. Aus der jeweiligen Verdünnungsstufe wurde mittels Pipette 1 µl entnommen und dieser Tropfen mit dem Photometer analysiert. Für jede Verdünnungsstufe wurde eine frische Pipettenspitze benutzt. Die Kalibrierung des Photometers erfolgte mit 1 µl destilliertem Wasser.

Methylenblau hat bei Licht der Wellenlänge 660 nm sein Absorptionsmaximum, d. h. die Absorptionsmessung zur Bestimmung der Konzentration von Methylenblau in wässriger Lösung fand bei 660 nm statt.

### **3.2.1.4 Material und Methode der Vorversuchsreihe 4:** Photometrischer Nachweis von Methylenblau nach Penetration durch aufbereitete Wurzelkanäle von Rinderzähnen ohne Versiegelung

3 extrahierte Zähne junger Rinder wurden ausgewählt, die einwurzelig, einkanalig und gerade konfiguriert waren. Die Aufbereitung erfolgte nach bekannter Methodik (vgl. 3.1, Seite 20 ff), der apikale Verschluss mit einem Flowable Composite. Die koronale Schnittfläche wurde angeätzt, mit Optibond FL beschichtet und polymerisiert. Nun wurde das Lumen der Kanäle mit unverdünnter 0,5%iger Methylenblaulösung bis an den koronalen Rand aufgefüllt. Mit einer kleinen Menge Cavit wurde der koronale Zugang abgedeckt. Sofort wurde die gesamte koronale Schnittfläche mit Flowable Composite abgedeckt und die mit Methylenblau gefüllte Wurzel damit dicht verschlossen. Die so vorbereitete Probe wurde in ein PE-Gläschen der Firma Fisherbrand eingelegt, das zuvor mit 10 ml destilliertem Wasser gefüllt worden war. Die Gläschen wurden mit dem zugehörigen Schnappdeckel verschlossen. Die Gläschen wurden bei Dunkelheit und Raumtemperatur aufbewahrt. Nach 48 Stunden, nach 14 Tagen und nach 3



Wochen wurden je 2 Tropfen aus den Gläschen entnommen und photometrisch analysiert. Zur idealen Durchmischung der Flüssigkeit wurde unmittelbar vor der Entnahme des Tropfens das Gläschen zwischen Daumen und Zeigefinger gehalten und im Sekundentakt um 180 Grad auf den Kopf gedreht und wieder zurück in die Ursprungsposition. Dieser Mischvorgang wurde pro Entnahme dreimal durchgeführt. Erst dann wurde der Schnappdeckel geöffnet und mittels Pipette 1 µl entnommen. Dieser Tropfen wurde mit dem Nanodrop Photometer analysiert. Mit einer neuen Pipettenspitze erfolgte nach erneuter Durchmischung die Entnahme und Messung eines zweiten Tropfens. Die Werte wurden tabellarisch festgehalten, ebenso der resultierende Mittelwert. Zusätzlich wurde jeweils dokumentiert, ob eine Blaufärbung des Wassers mit bloßem Auge zu erkennen war.

**3.2.2 Material und Methode des Hauptversuchs:** Photometrischer Nachweis von Methylenblau nach Penetration durch aufbereitete Wurzelkanäle von Rinderzähnen nach adhäsiver Versiegelung

#### **3.2.2.1 Probenherstellung**

70 extrahierte Zähne junger Rinder wurden ausgewählt, die einwurzelig, einkanalig und gerade konfiguriert waren. Die Aufbereitung erfolgte nach bekannter Methodik (vgl. 3.1, Seite 20 ff), der apikale Verschluss mit einem Flowable Composite. Die vorbereiteten Wurzeln wurden zufällig in 7 Gruppen aufgeteilt. **GRUPPE 1** diente als Referenzgruppe. Die Wurzeln von Gruppe 1 wurden wie im Vorversuch 4 mit Methylenblau befüllt, verschlossen und in Gläschen mit destilliertem Wasser eingelegt. Die Wurzelkanalinnenwände von **GRUPPE 2** wurden mit dem Adhäsivsystem Optibond FL vorbehandelt, **GRUPPE 3** mit Clearfill SE, **GRUPPE 4** mit Clearfill Protect, **GRUPPE 5** mit Clearfill S3, **GRUPPE 6** mit Adhese und **GRUPPE 7** mit Cumdente Etch&Bond. Das Vorgehen erfolgte bei den bereits aus Teil 3.1 bekannten Produkten wie dort beschrieben. Das Produkt Clearfill Protect ist wie Clearfill SE ein Self-Etch-Präparat, bestehend aus Primer und Bonding, das über einen antibakteriellen Zusatz verfügt. Die Verarbeitung erfolgte wie bei Clearfill SE beschrieben. Die Wurzeln der Adhese Gruppe wurden ausnahmslos von koronal lichtgehärtet. Das Produkt Cumdente Etch&Bond ist ein licht- und selbsthärtendes Universal-Adhäsiv, das aus einem Katalysator und einer Base besteht, die unmittelbar vor der Verwendung im Mischungsverhältnis 1:1 vermischt werden. Auf die Wurzeln der Gruppe 7 wurde nach dem Anätzen der zu benetzenden Oberfläche

Cumdense Etch&Bond für 30 Sekunden aufgetragen und in die Flächen einmassiert. Dann wurde anschließend für 20 Sekunden verblasen und 20 Sekunden lichtgehärtet.

Nach Versiegelung der Wurzeln in den Gruppe 2-7 wurden alle Gruppen mit Methylenblaulösung befüllt. Der koronale Verschluss erfolgte wie oben beschrieben mit Optibond FL, Cavit und Composite. Anschließend wurden auch diese Proben in Gläschen mit destilliertem Wasser eingelegt. Die Gläschen wurden mit Schnappdeckeln verschlossen und bei Raumtemperatur und Dunkelheit aufbewahrt.

### **3.2.2.2 Photometrische Analyse**

Das Wasser in den Gläschen wurde in bestimmten zeitlichen Intervallen einer photometrischen Analyse unterzogen. Ziel dabei war es, eventuell aus dem Lumen des Wurzelkanals ausgetretenes Methylenblau im Umgebungsmedium nachzuweisen.

Die erste Messung erfolgte 30 min nach Einbringen ins Wasser. Weitere Messungen folgten nach 2 Stunden, 12 Stunden, 24 Stunden, 2 Tagen, 7 Tagen, 2 Wochen, 4 Wochen, 6 Monaten, 1 Jahr und 2 Jahren.

Bei jeder Messung wurde zweimal je 1 Tropfen aus jedem Gläschen entnommen und photometrisch analysiert. Die ideale Durchmischung der Flüssigkeit erfolgte wie in Vorversuch 4 unter 3.2.1.4 (S. 30) beschrieben. Erst nach dem Mischen wurde der Schnappdeckel geöffnet und mittels Pipette 1 µl entnommen. Dieser Tropfen wurde mit dem Nanodrop Photometer analysiert. Mit einer neuen Pipettenspitze erfolgte nach erneuter Durchmischung die Entnahme und Messung eines zweiten Tropfens und seine photometrische Analyse.

### **3.2.2.3 Auswertung der Messwerte**

Pro Probe und pro Messung ergaben sich 2 Messwerte. Aus den beiden Messwerten wurde für jedes Gläschen und für jeden Zeitpunkt ein Mittelwert errechnet, der sich aus Addition der einzelnen Messwerte und anschließender Division durch 2 ergab. Die Mittelwerte wurden tabellarisch erfasst. Die photometrische Analyse ergab in jeder Gruppe pro Messzeitpunkt 10 Mittelwertmesswerte, die im Folgenden vereinfacht als Messwerte bezeichnet werden. Zusätzlich wurde bei jeder Messwertbestimmung das Wasser vor einem weißen Blatt Papier visuell auf Blaufärbung kontrolliert. Blaufärbung korrelierte dabei mit einem Anstieg der Messwerte auf die zweite Nachkommastelle (Messwert > 0,01), wie in den Ergebnissen von Vorversuch 4 (vgl. 4.2.1.4.1, S. 67ff) dargestellt. Blaufärbung des Wassers bzw. Anstieg des Messwertes auf die zweite Nachkommastelle wurde dabei als „undicht“ gewertet, was bei den

Gruppen 2-7 mit einem Versagen der Versiegelung korreliert. Nicht blau verfärbtes Wasser bzw. ein Messwert  $< 0,01$  wurden als „**dicht**“, also als erfolgreiche Versiegelung gewertet.

Die Darstellung der Messwerte erfolgte neben der tabellarischen Übersicht (vgl. Abschnitt 7.1 im Anhang) in Diagrammform zur Abbildung des zeitlichen Verlaufs der Messwerte der Proben innerhalb der Gruppen.

Die statistische Analyse (Statistikprogramm SPSS) der Messwerte für die Methylenblauenpenetration erfolgte mittels Kruskal-Wallis-Test ( $p < 0,01$ ) und U-Test.

Der p-Wert für den multiplen Vergleich der Messwerte aus den Versuchsgruppen (Versiegelung mit Adhäsiven) und den Messwerten der Kontrollgruppe mit Hilfe des U-Wertes wurde nach Bonferroni adaptiert ( $p = 0,00833$ ).

## **4 Ergebnisse**

### **4.1 Ergebnisse von Teil 1:**

#### **Anwendung von Adhäsivsystemen im Wurzelkanal – REM-Analyse**

Im Teil 1 der vorliegenden In-vitro-Studie wurde die prinzipielle Eignung von Adhäsiven zur Versiegelung der Dentinoberfläche im aufbereiteten Wurzelkanal rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

##### **4.1.1 Bildmaterial von Teil 1**

Es werden jeweils 6 Bilder pro Wurzel, also pro verwendetem Adhäsivsystem aufgeführt. Dabei wird folgende Reihenfolge konsequent beibehalten: Die ersten 3 Bilder stellen den Blick auf die koronale Schnittfläche dar. Die nächsten 3 Bilder zeigen den Blick auf die apikale Schnittfläche. Die jeweiligen Bilder einer Fläche sind wie folgt sortiert:

- a) Übersicht Hybridschicht (Vergrößerung 200fach bis 500fach)
- b) Detailansicht Hybridschicht und Bonding Tags (Vergrößerung 500fach bis 3000fach )
- c) Detailansicht nach Thermocycling ( Vergrößerung 500fach bis 3000fach).

Am unteren Bildrand befinden sich bildspezifische Informationen zur Vergrößerung (linke untere Ecke „Mag“) und ein Maßstab in  $\mu\text{m}$  (unten rechts), zusätzlich Informationen zu Details der rasterelektronischen Analyse („HV“, „Spot“, „WD“ und „Det“).

#### 4.1.1.1 Wurzel 1: Adhäsivsystem Optibond FL

##### 4.1.1.1.1 Wurzel 1 (Optibond FL): koronale Schnittfläche

Die Abbildungen 4-6 zeigen die REM-Bilder der koronalen Schnittfläche der Wurzel 1, deren Kanalwände mit Optibond FL versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht variierender Dicke ist auf Abbildung 4 in der Übersicht, in Abbildung 5 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 5 verifiziert die Ausbildung von Tags. Abbildung 6 zeigt die Detailansicht der koronalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat zur Rissbildung in der Hybridschicht geführt.

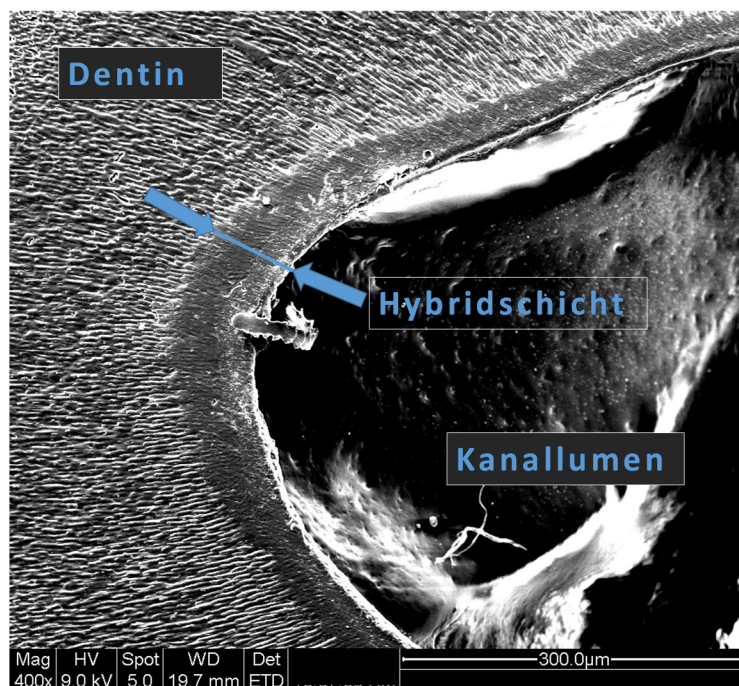


Abb. 4: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 1 (Optibond FL): An der Grenzfläche zwischen Kanallumen und Wurzel dentin ist die Ausbildung einer Hybridschicht (Pfeilmarkierung) erkennbar. Ihre Dicke bewegt sich gemäß des am unteren Bildrand angegebenen Maßstabs in einer Größenordnung unter 100µm. Im Kanallumen befindet sich agglomeriertes Adhäsivmaterial.

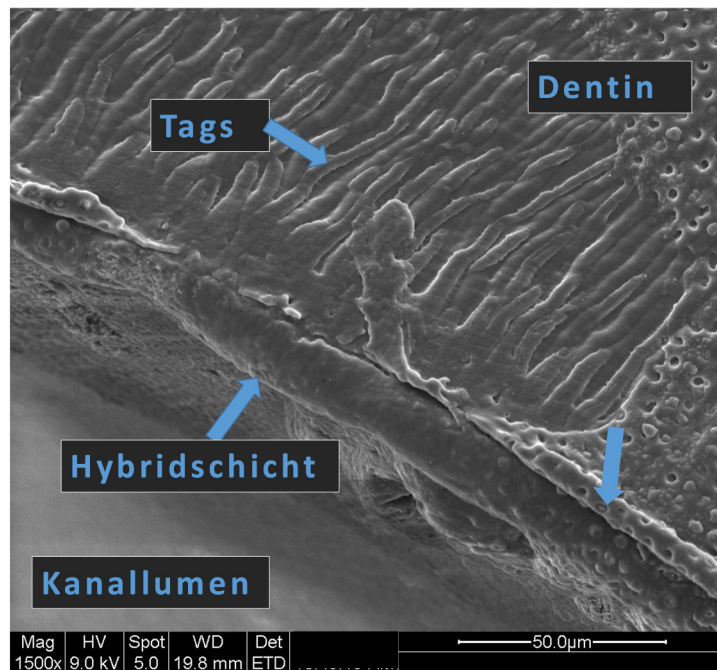


Abb. 5: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 1 (Optibond FL) in der Detailansicht: Die Hybridschicht (unterer Pfeil) variiert in ihrer Dicke und Homogenität. Deutlich erkennbar sind verästelte Bonding-Tags (oberer Pfeil).

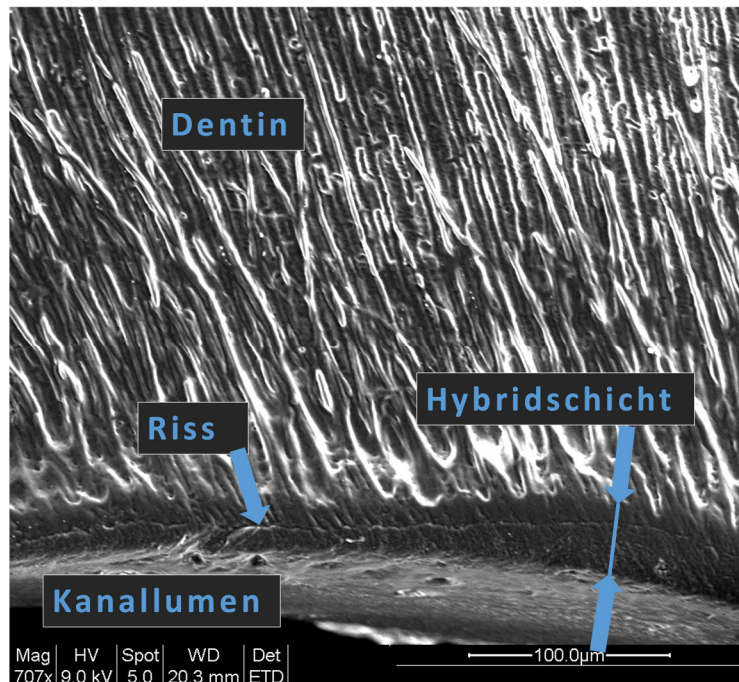
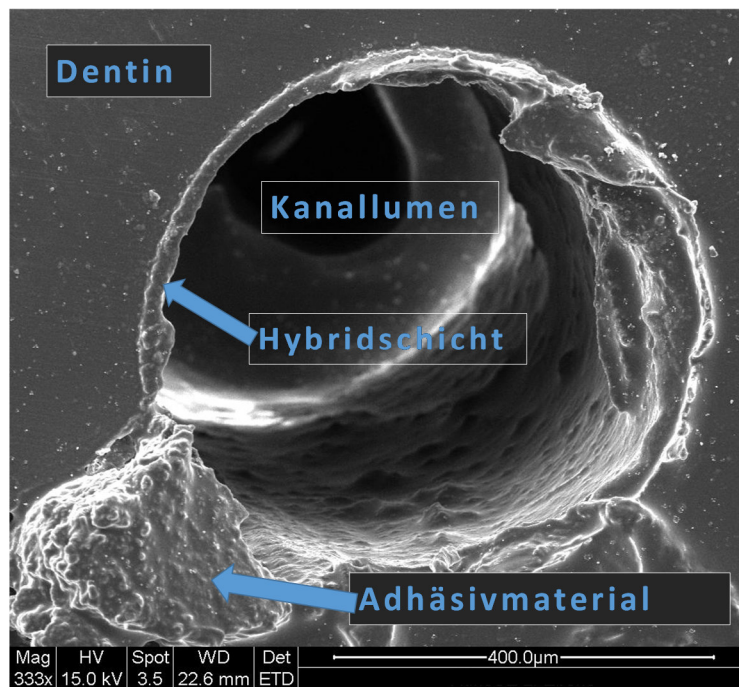


Abb. 6: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 1 (Optibond FL) nach Thermocycling in der Detailansicht: In der Hybridschicht (Pfeile rechts) erkennt man einen deutlichen Riss (Pfeil links) infolge der künstlichen Alterung.



#### 4.1.1.1.2 Wurzel 1 (Optibond FL): apikale Schnittfläche

Die Abbildungen 7-9 zeigen die REM-Bilder der apikalen Schnittfläche der Wurzel 1, deren Kanalwände mit Optibond FL versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht variierender Dicke ist auf Abbildung 7 in der Übersicht, in Abbildung 8 in der Detailansicht zu erkennen. Das Kanallumen ist größtenteils frei. Teilweise bedeckt aus dem Kanallumen stammendes Adhäsivmaterial die Schnittfläche. Abbildung 9 zeigt die Detailansicht der apikalen Schnittfläche nach Thermocycling, eine Rissbildung ist hier nicht nachweisbar.



*Abb. 7: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 1 (Optibond FL): Die umlaufende Hybridschicht variiert in Dicke und Homogenität. Das Kanallumen ist frei. Trotz erfolgter Politur und Entfernung des Smear layer stellt sich die Oberfläche verunreinigt dar, wahrscheinlich handelt es sich um aus dem Kanallumen stammendes Adhäsivmaterial.*

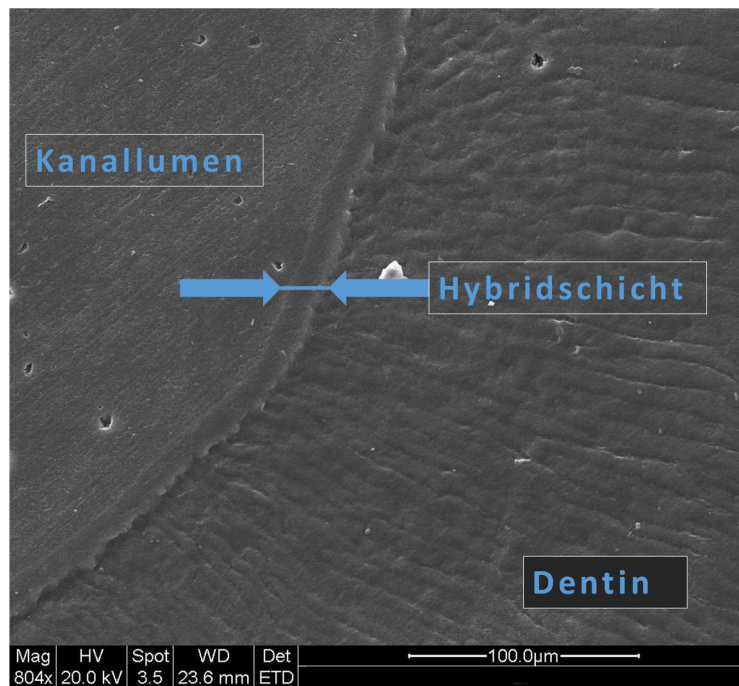


Abb. 8: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 1 (Optibond FL) in der Detailansicht: Die Ausbildung einer Hybridschicht (Pfeilmarkierung) ist erkennbar, ihre Dicke ist kleiner 50 µm. Im Kanallumen ist die homogene, lumenseitige Bondingschicht erkennbar.

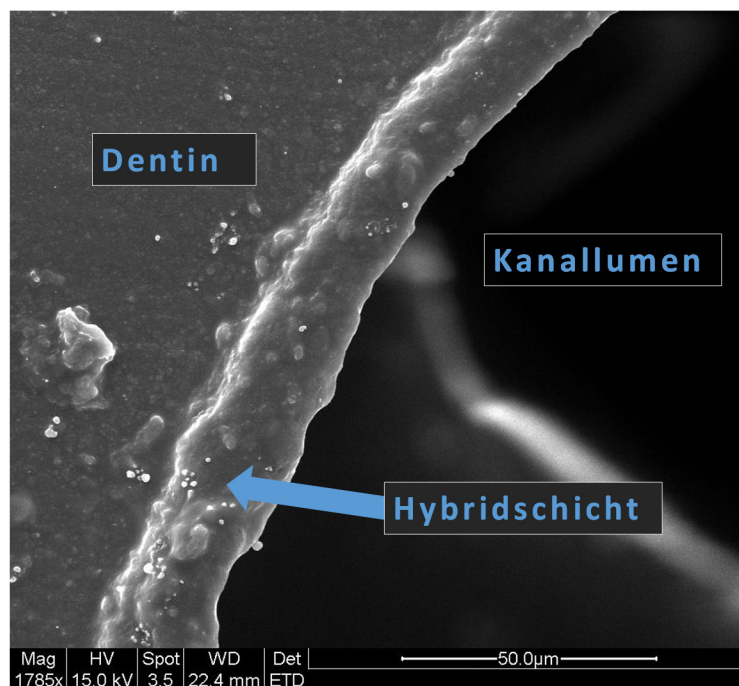


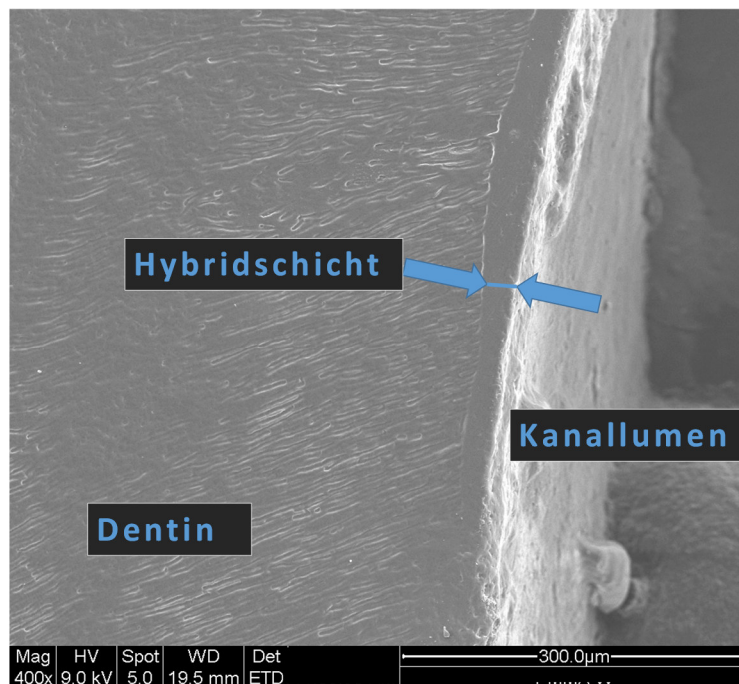
Abb. 9: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 1 (Optibond FL) nach Thermocycling in der Detailansicht: Rissbildungen sind nicht erkennbar.



#### 4.1.1.2 Wurzel 2: Adhäsivsystem Clearfill SE

##### 4.1.1.2.1 Wurzel 2 (Clearfill SE): koronale Schnittfläche

Die Abbildungen 10-12 zeigen die REM-Bilder der koronalen Schnittfläche der Wurzel 2, deren Kanalwände mit Clearfill SE versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht variierender Dicke ist auf Abbildung 10 in der Übersicht, in Abbildung 11 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 11 verifiziert die Ausbildung von Tags. Abbildung 12 zeigt die Detailansicht der koronalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat zur Rissbildung in der Hybridschicht geführt.



*Abb. 10: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE): Die homogene Hybridschicht (Pfeilmarkierung) variiert in ihrer Dicke. Das Kanallumen ist frei. Deutlich erkennbar sind die Tubuli-Strukturen des Dentins links im Bild.*

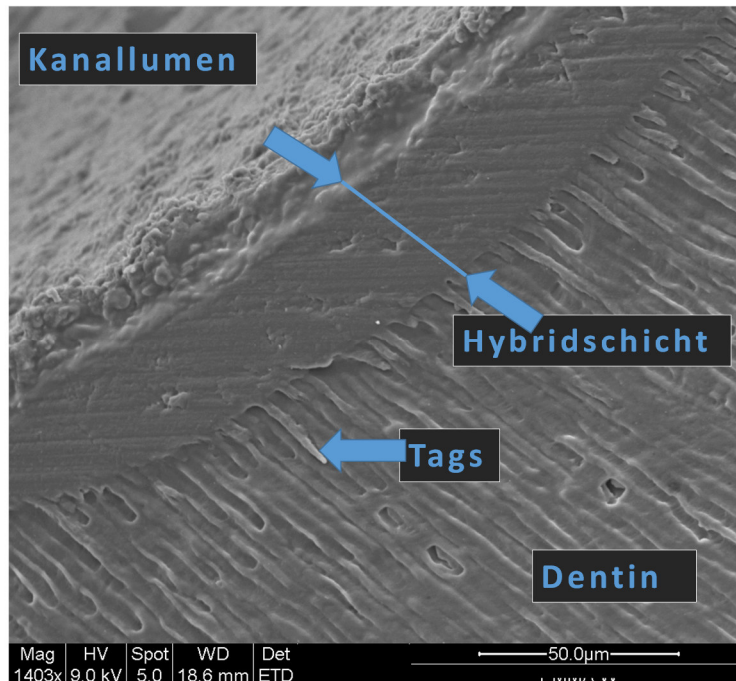


Abb. 11: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE): Die Dicke der Hybridschicht (Pfeilmarkierung) ist hier kleiner als 50 µm. Die Wände des Kanals sind von einer homogenen Adhäsivschicht bedeckt, das Kanallumen ist frei. Deutlich erkennbar sind die Bonding Tags (unterer Pfeil) in der Interaktionszone Adhäsiv-Dentin.

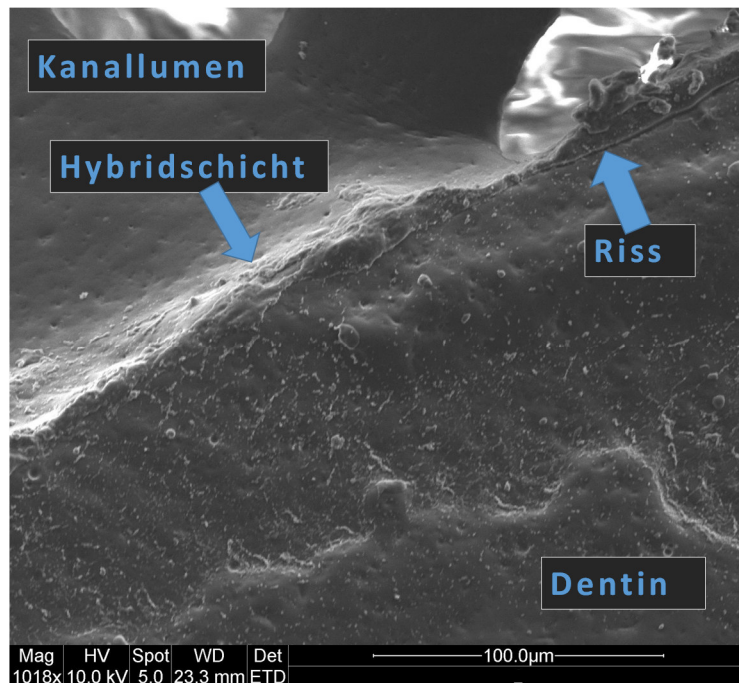
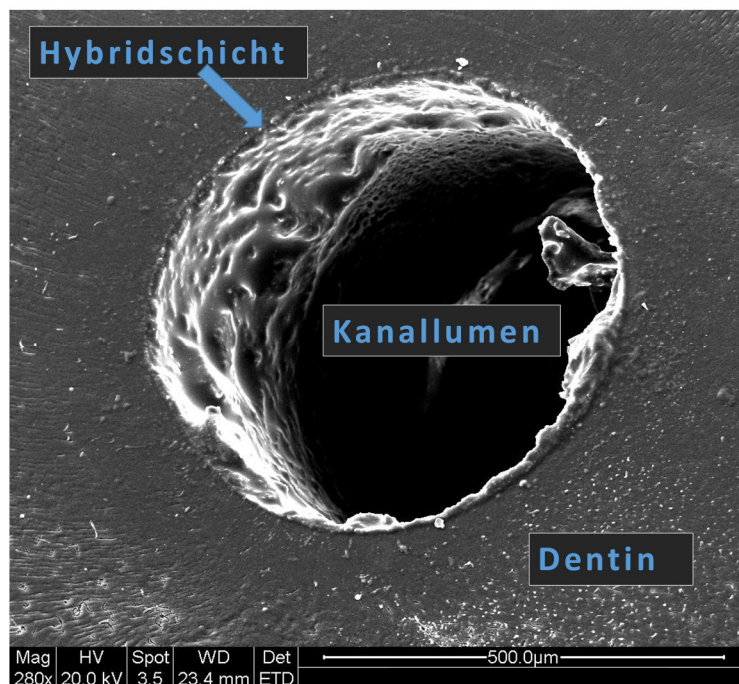


Abb. 12: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE) nach Thermocycling: Oben rechts im Bild ist eine Rissbildung in der Hybridschicht erkennbar.

#### 4.1.1.2.2 Wurzel 2 (Clearfill SE): apikale Schnittfläche

Die Abbildungen 13-15 zeigen die REM-Bilder der apikalen Schnittfläche der Wurzel 2, deren Kanalwände mit Clearfill SE versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht variierender Dicke ist auf Abbildung 13 in der Übersicht, in Abbildung 14 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 14 verifiziert die Ausbildung von Tags. Abbildung 15 zeigt die Detailansicht der apikalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat zur Rissbildung in der Hybridschicht geführt.



*Abb. 13: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE): Die Hybridschicht (Pfeil) ist zirkulär umlaufend erkennbar. Das Kanallumen ist frei, die Wände sind mit Adhäsiv bedeckt. Tubuli-Strukturen des Dentins sind im linken Bildrandbereich zu sehen.*

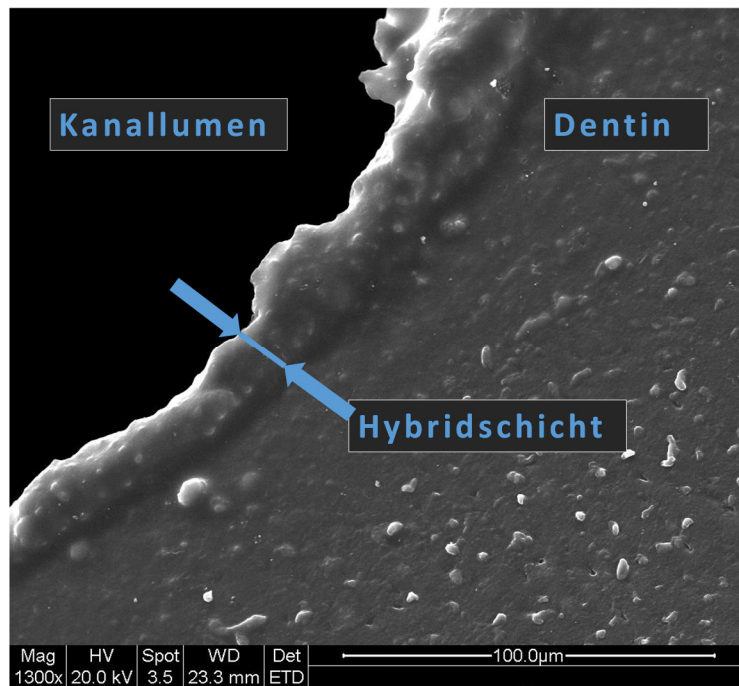


Abb. 14: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE) in der Detailansicht: Die Hybridschicht (Pfeilmarkierung) variiert in ihrer Dicke. Sie liegt in einem Bereich kleiner als 50 µm. Das Kanallumen ist frei.

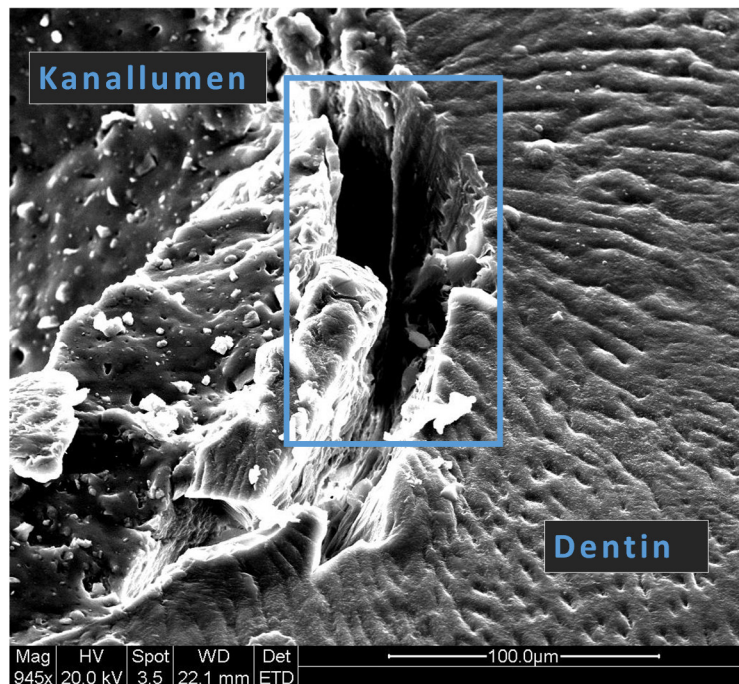


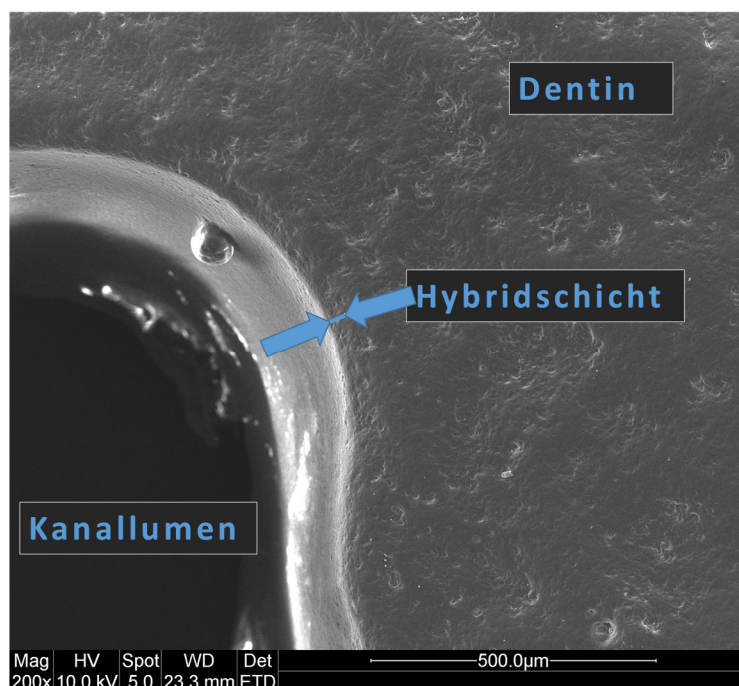
Abb. 15: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE) nach Thermocycling: Der hervorgehobene Bereich (blauer Rahmen) markiert den Abschnitt der Interaktionszone Dentin-Bonding, in dem sich die Bondingschicht von der Kanalwand abgehoben zu haben scheint.



### 4.1.1.3 Wurzel 3: Adhäsivsystem Clearfill S3

#### 4.1.1.3.1 Wurzel 3 (Clearfill S3): koronale Schnittfläche

Die Abbildungen 16-18 zeigen die REM-Bilder der koronalen Schnittfläche der Wurzel 3, deren Kanalwände mit Clearfill S3 versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht ist auf Abbildung 16 in der Übersicht, in Abbildung 17 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 17 verifiziert die Ausbildung von Tags und zeigt ebenso inhomogene Bereiche der Hybridschicht. Abbildung 18 zeigt die Detailansicht der koronalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat auch hier zur Rissbildung in der Hybridschicht geführt.



*Abb. 16: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 3 (Clearfill S3): Die homogene Hybridschicht (Pfeilmarkierung) erscheint in ihrer Dicke konstant. Das Kanallumen ist frei. Die koronale Wurzelfläche scheint inhomogen, Dentintubuli sind schwer zu erkennen.*

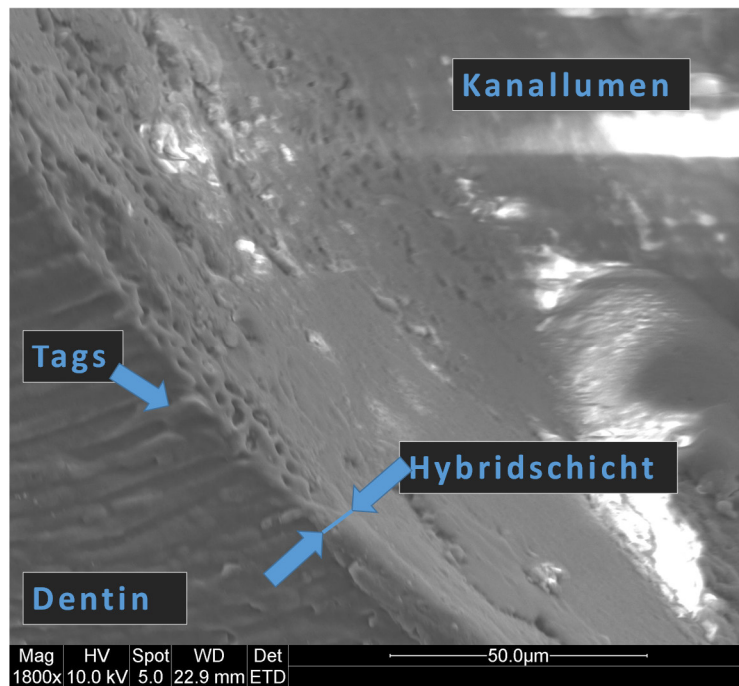


Abb. 17: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 3 (Clearfill S3): Die Dicke der Hybridschicht (Pfeilmarkierung) ist hier kleiner als 25 µm. Teilweise erscheint die Hybridschicht inhomogen und weist lakunenartige Bereiche auf. Das Kanallumen ist frei. Deutlich erkennbar sind die Bonding Tags (linker Pfeil).

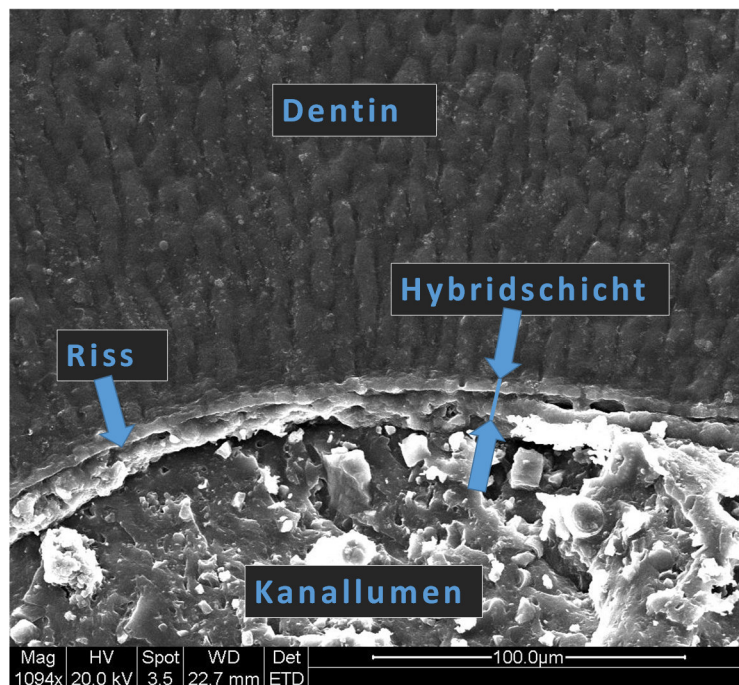
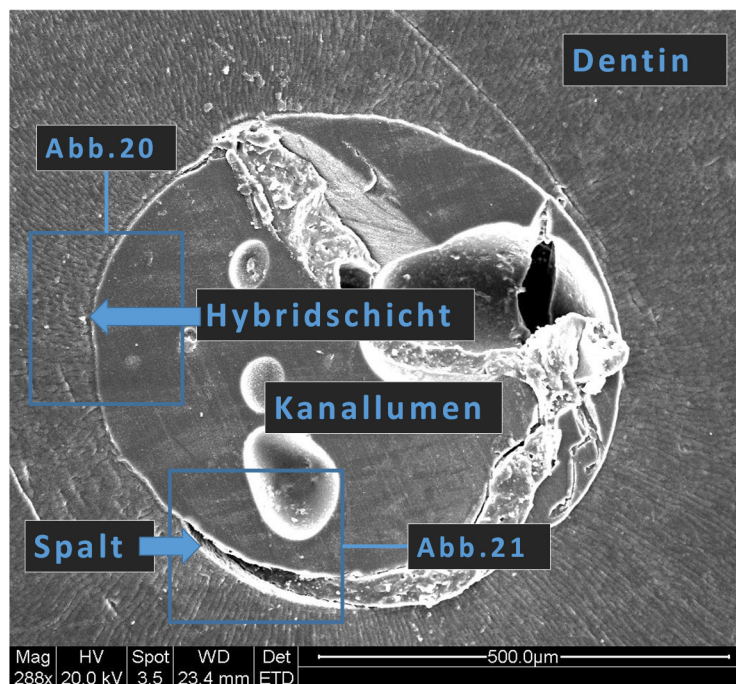


Abb. 18: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 2 (Clearfill SE) nach Thermocycling: Im gesamten Bild ist eine Rissbildung in der Hybridschicht erkennbar, sie hat sich von der Kanalwand abgehoben (Pfeil).

#### 4.1.1.3.2 Wurzel 3 (Clearfill S3): apikale Schnittfläche

Die Abbildungen 19-21 zeigen die REM-Bilder der apikalen Schnittfläche der Wurzel 3, deren Kanalwände mit Clearfill S3 versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht variierender Dicke ist auf Abbildung 19 in der Übersicht, in Abbildung 20 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 19 weist eine Spaltbildung nach, wobei hier noch kein Thermocycling stattgefunden hat. Abbildung 20 zeigt einen homogenen Teilbereich der Hybridschicht in der Detailansicht. Abbildung 21 zeigt die Detailansicht der apikalen Schnittfläche nach Thermocycling, es scheint die vorhandene Spaltbildung nicht verstärkt zu haben.



*Abb. 19: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 3 (Clearfill S3): Die Hybridschicht (Pfeilmarkierung) ist erkennbar. Die hervorgehobenen Bildbereiche (blaue Rahmen) verweisen auf die Detailansichten, die in Abb. 20 und 21 folgen. Der Pfeil im unteren Bildbereich weist auf eine Spaltbildung hin. Zu betonen ist, dass hier noch kein Thermocycling stattgefunden hat. Fast das gesamte Kanallumen ist mit Adhäsiv ausgefüllt, das zwar mehrere Blasen enthält und rechts im Bild die Kanalwand auch nicht erreicht, aber stellenweise komplett homogen ausgehärtet erscheint. Tubuli-Strukturen des Dentins sind auf der gesamten Schnittfläche zu erkennen.*



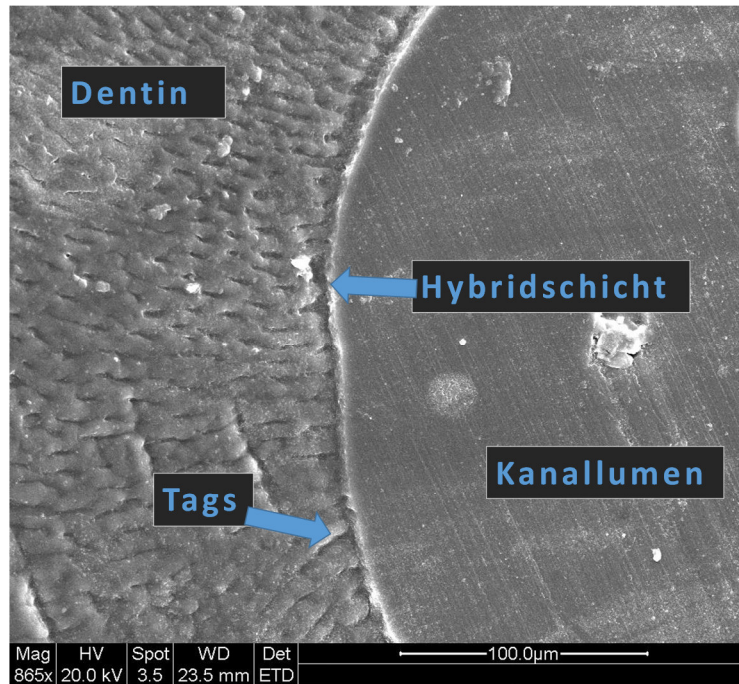


Abb. 20: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 3 (Clearfill S3) in der Detailansicht: Die Hybridschicht (oberer Pfeil) erscheint in ihrer Dicke konstant kleiner als 10 µm. Das Kanallumen ist mit Adhäsiv ausgefüllt. Bonding Tags sind erkennbar (unterer Pfeil).

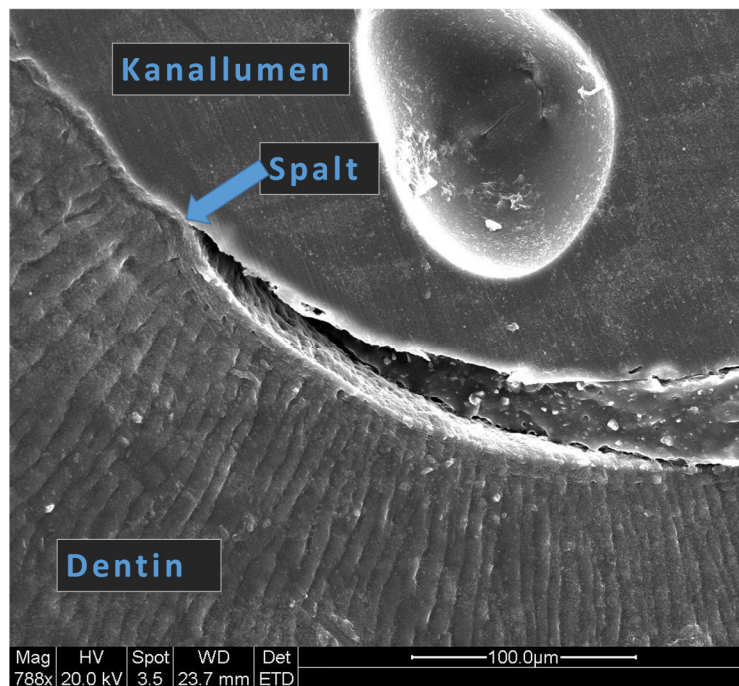


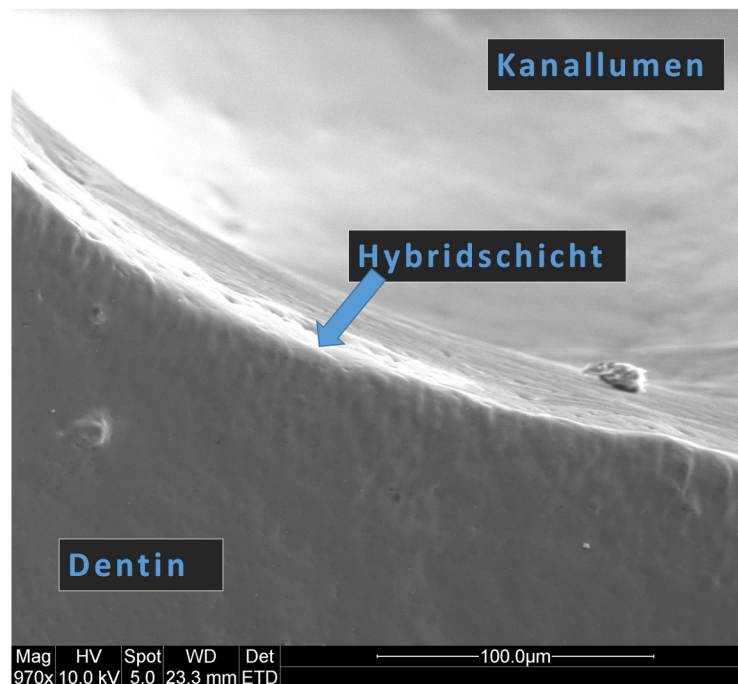
Abb. 21: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 3 (Clearfill S3) nach Thermocycling: Der Pfeil markiert den Anfangspunkt der Spaltbildung, wo sich die Adhäsivschicht von der Kanalwand abgehoben hat. Im Vergleich zu Abb. 19 scheint die künstliche Alterung die Spaltbildung nicht verstärkt zu haben.



#### 4.1.1.4 Wurzel 4: Adhäsivsystem I Bond Gluma inside

##### 4.1.1.4.1 Wurzel 4 (I Bond Gluma inside): koronale Schnittfläche

Die Abbildungen 22-24 zeigen die REM-Bilder der koronalen Schnittfläche der Wurzel 4, deren Kanalwände mit I Bond Gluma inside versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht ist auf Abbildung 22 in der Übersicht, in Abbildung 23 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 24 zeigt die Detailansicht der koronalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat zum Verlust der Hybridschicht geführt.



*Abb. 22: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 4 (I Bond Gluma inside): Die Versiegelungsfläche (Pfeil) wirkt sehr homogen. Das Kanallumen ist frei. Auf der koronalen Wurzelfläche sind Dentintubulistrukturen kaum zu erkennen.*

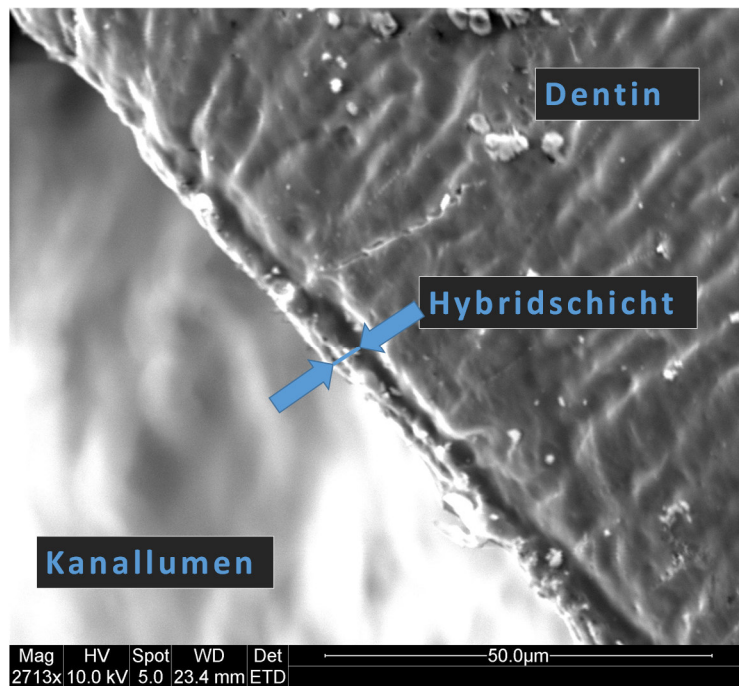


Abb. 23: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 4 (I Bond Gluma inside) in der Detailansicht: Die Dicke der Hybridschicht (Pfeilmarkierung) ist hier kleiner als 10 µm. Teilweise erscheint die Hybridschicht inhomogen. Das Kanallumen ist frei.

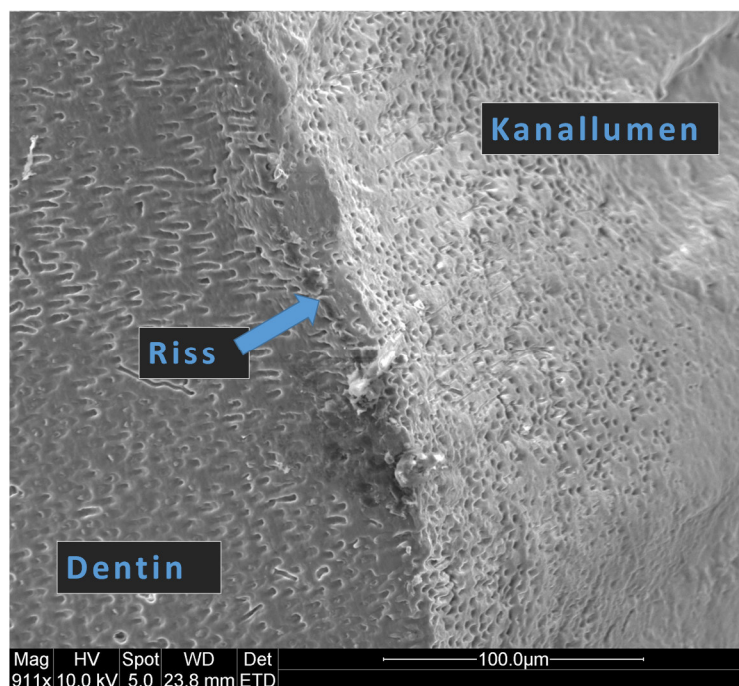
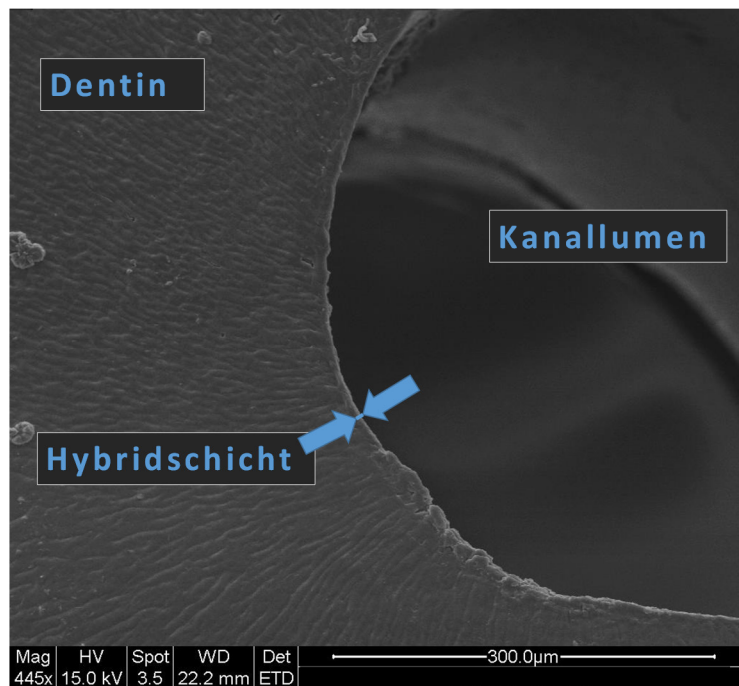


Abb. 24: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 4 (I Bond Gluma inside) nach Thermocycling: Im abgebildeten Bereich sind die Dentintubuli flächig offen (rechter Bildseite). Hier hat keine Versiegelung stattgefunden oder wurde durch das Thermocycling zerstört. Eine Rissstruktur ist erkennbar (Pfeil).

#### 4.1.1.4.2 Wurzel 4 (I Bond Gluma inside): apikale Schnittfläche

Die Abbildungen 25-27 zeigen die REM-Bilder der apikalen Schnittfläche der Wurzel 4, deren Kanalwände mit I Bond Gluma inside versiegelt wurden. Die Ausbildung einer Hybridschicht ist auf Abbildung 25 in der Übersicht, in Abbildung 26 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 27 zeigt die Detailansicht der apikalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat auch hier zur Destruktion der Adhäsivschicht geführt.



*Abb. 25: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 4 (I Bond Gluma inside): Die Hybridschicht (Pfeilmarkierung) ist erkennbar, ihre Dicke erscheint konstant. Die Tubulistrukturen des Dentins sind auf der gesamten Schnittfläche zu erkennen.*

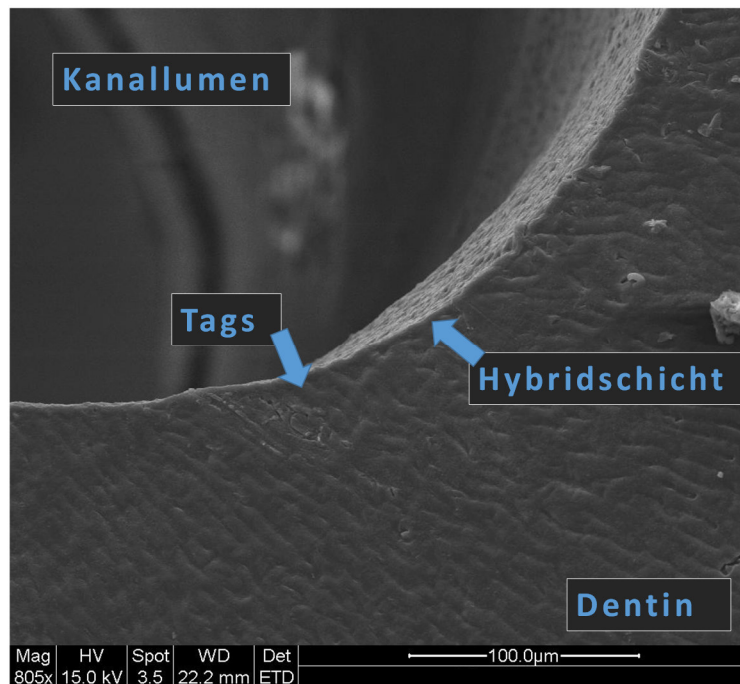


Abb. 26: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 4 (I Bond Gluma inside) in der Detailansicht: Die Hybridschicht (Pfeil rechts) erscheint in ihrer Dicke konstant kleiner als 10 µm. Bonding Tags sind erkennbar (Pfeil links). Die Kanalwand ist mit Adhäsiv bedeckt, die Versiegelung erscheint jedoch inhomogen.

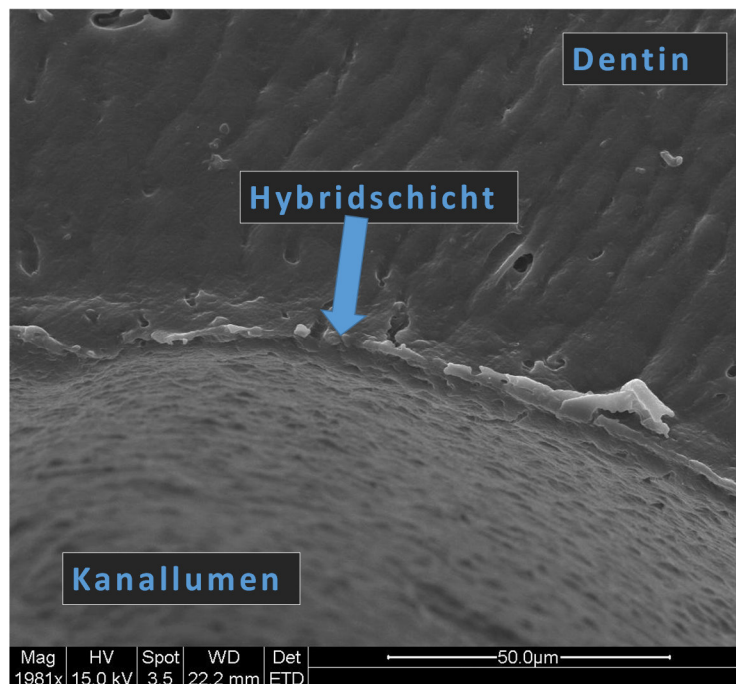


Abb. 27: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 4 (I Bond Gluma inside) nach Thermocycling: Die Hybridschicht (Pfeil) erscheint alteriert und brüchig.

#### 4.1.1.5 Wurzel 5: Adhäsivsystem Adhese (Anwendung mit Lichtpolymerisation)

##### 4.1.1.5.1 Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation): koronale Schnittfläche

Die Abbildungen 28-30 zeigen die REM-Bilder der koronalen Schnittfläche der Wurzel 5, deren Kanalwände mit Adhese versiegelt wurden, welches anschließend lichtpolymerisiert wurde. Die Ausbildung einer Versiegelung ist auf Abbildung 28 in der Übersicht, in Abbildung 29 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 30 zeigt die Detailansicht der koronalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat zur Zerstörung der Hybridschicht geführt.

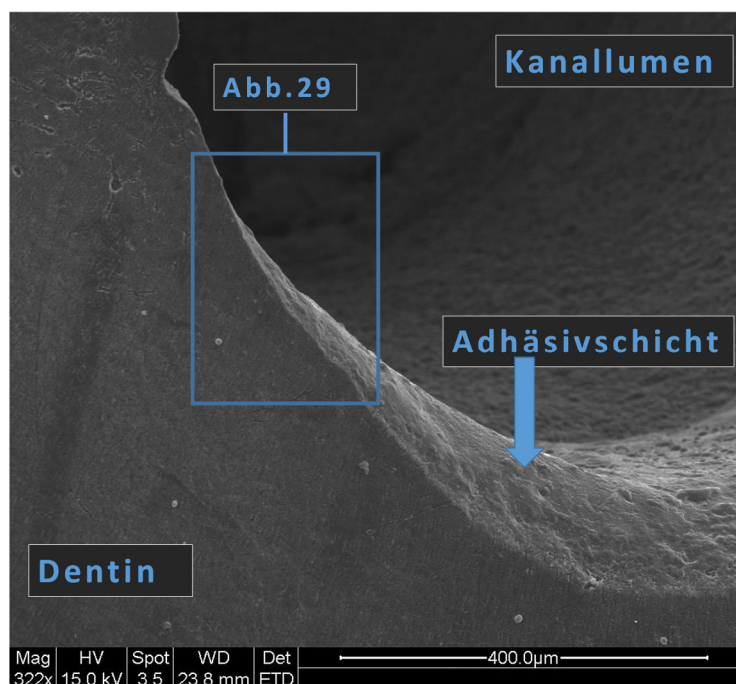


Abb. 28: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation): Eine gleichmäßige Adhäsivschicht (Pfeil) bedeckt die Kanalwand, die Versiegelungsfläche wirkt homogen. Es ist jedoch nicht eine eindeutige Hybridschicht abgrenzbar. Das Kanallumen ist frei. Auf der koronalen Wurzelfläche sind Dentintubulstrukturen kaum zu erkennen. Der Bildausschnitt (blauer Rahmen) zeigt den in Abb. 29 vergrößerten Bereich.



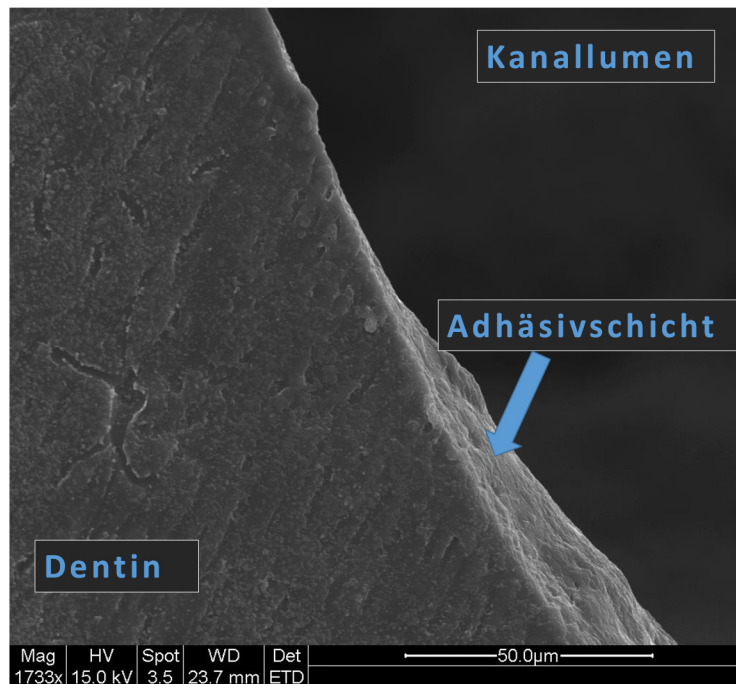


Abb. 29: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation) in der Detailansicht: Eine gleichmäßige Adhäsivschicht bedeckt die Kanalwand. Die Dentintubulstrukturen sind erkennbar.

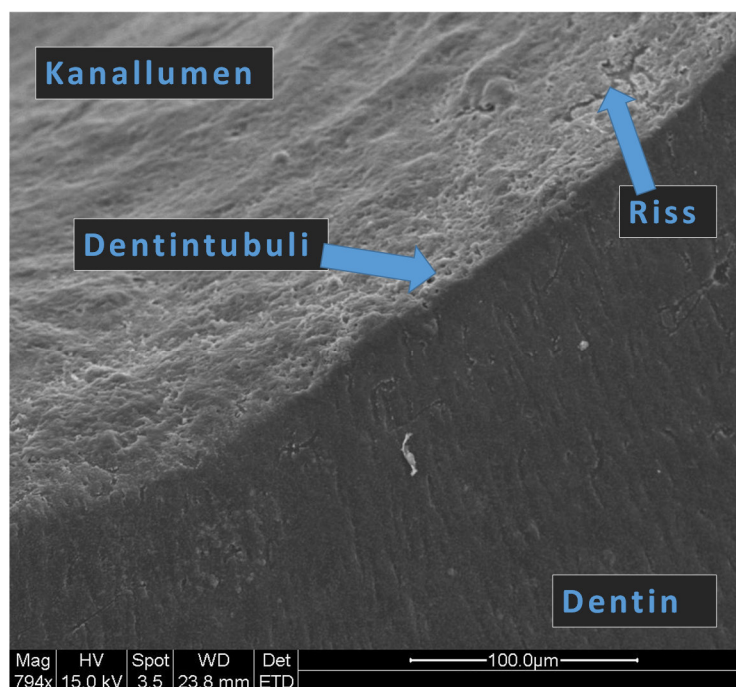
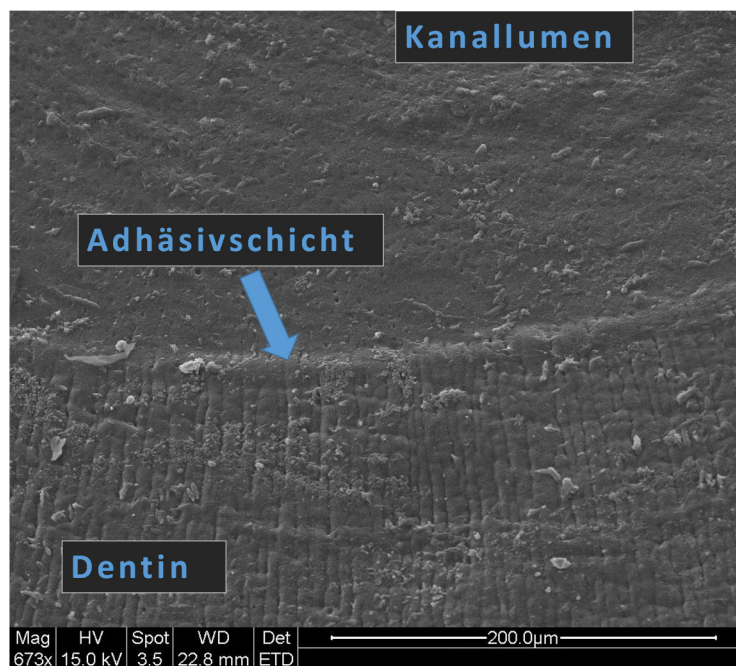


Abb. 30: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation) nach Thermocycling: Im abgebildeten Bereich sind die Dentintubuli teilweise offen (linker Pfeil). Die Versiegelung wurde durch das Thermocycling zerstört. Eine Rissstruktur ist erkennbar (rechter Pfeil).

#### 4.1.1.5.2 Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation): apikale Schnittfläche

Die Abbildungen 31-33 zeigen die REM-Bilder der apikalen Schnittfläche der Wurzel 5, deren Kanalwände mit Adhese versiegelt wurden, welches anschließend lichtpolymerisiert wurde. Die Ausbildung einer versiegelnden Adhäsivschicht ist auf Abbildung 31 in der Übersicht, in Abbildung 32 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 33 zeigt die Detailansicht der apikalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat auch hier zur Spaltbildung zwischen Adhäsivschicht und Wurzelkanalwand geführt.



*Abb. 31: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation): Die Interaktionszone Adhäsiv-Dentin ist markiert (Pfeil), ihre Dicke erscheint konstant. Die Tubulstrukturen des Dentins sind auf der gesamten Schnittfläche zu erkennen.*

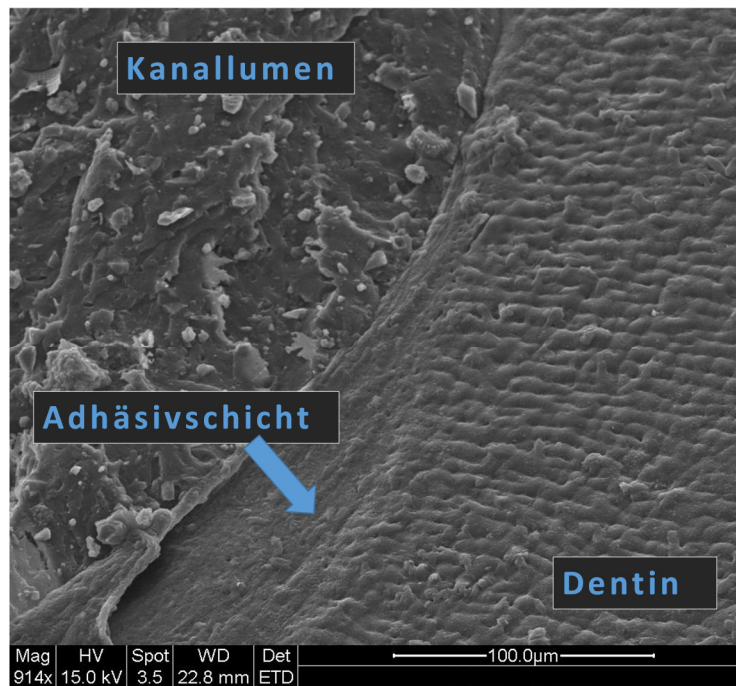


Abb. 32: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation) in der Detailansicht: Die Adhäsivschicht ist im Bereich der Pfeilmarkierung homogen, der Einblick ins Lumen (linker Bildbereich) erscheint inhomogen, teilweise erscheint die Kanalwand unversiegelt.



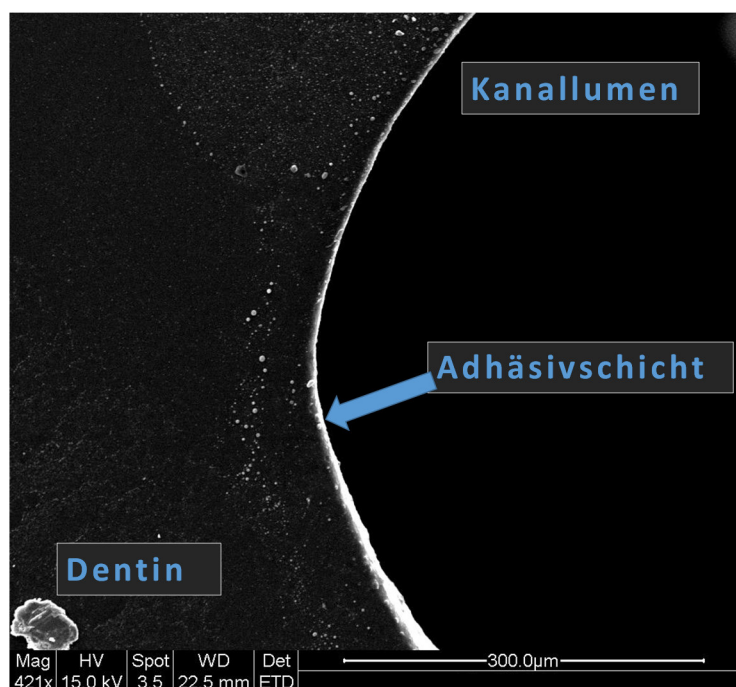
Abb. 33: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 5 (Adhese mit Lichtpolymerisation) nach Thermocycling: Die Pfeilspitze weist auf den Beginn einer Spaltbildung, die Adhäsivschicht ist von der Kanalwand abgelöst.



#### 4.1.1.6 Wurzel 6: Adhäsivsystem Adhese (Anwendung ohne Lichtpolymerisation)

##### 4.1.1.6.1 Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation): koronale Schnittfläche

Die Abbildungen 34-36 zeigen die REM-Bilder der koronalen Schnittfläche der Wurzel 6, deren Kanalwände mit Adhese versiegelt wurden, welches anschließend **nicht** lichtpolymerisiert wurde, sodass die Polymerisation allein auf der chemischen Polymerisation beruhte. Die Ausbildung einer Versiegelung ist auf Abbildung 34 in der Übersicht, in Abbildung 35 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 36 zeigt die Detailansicht der koronalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat zur Zerstörung der Adhäsivschicht geführt.



*Abb. 34: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation): Die Interaktionszone Adhäsiv-Dentin ist markiert (Pfeil). Die Tubulstrukturen des Dentins sind auf der gesamten Schnittfläche schwierig zu erkennen. Das Kanallumen ist leer.*

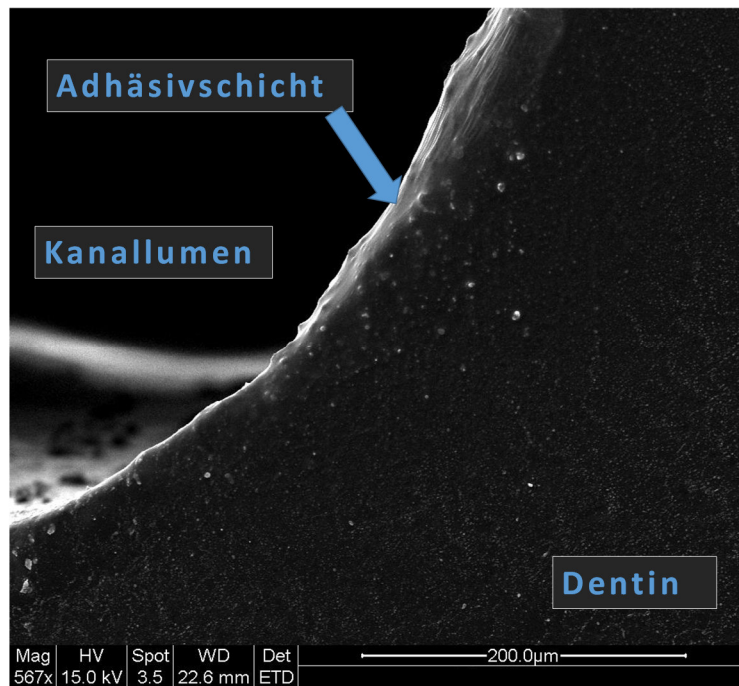


Abb. 35: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation) in der Detailansicht: Eine gleichmäßige Adhäsivschicht bedeckt die Kanalwand. Die Dentintubulistrukturen sind kaum erkennbar.

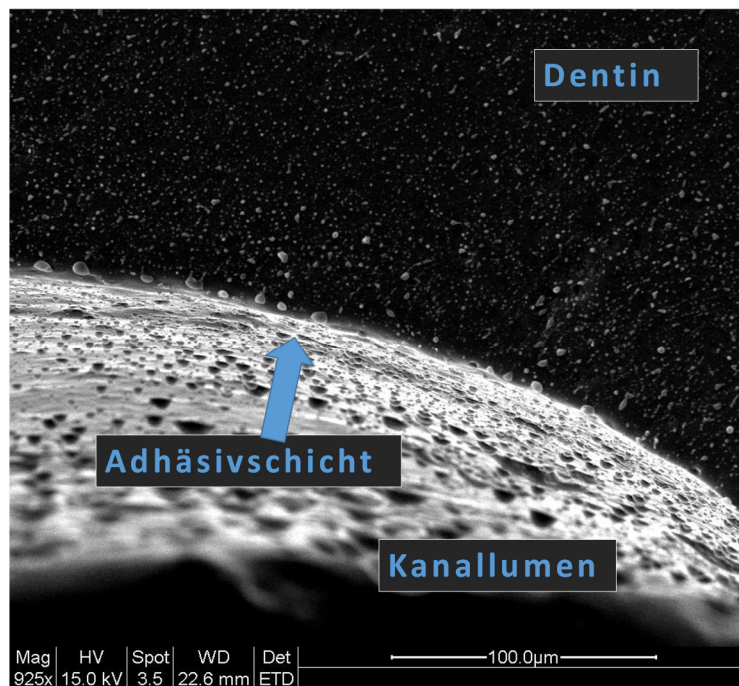


Abb. 36: REM-Bild der koronalen Schnittfläche der Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation) nach Thermocycling: Die Versiegelung wurde durch das Thermocycling zerstört, sie wirkt alteriert, inhomogen und blasig aufgeworfen.

#### 4.1.1.6.2 Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation): apikale Schnittfläche

Die Abbildungen 37-39 zeigen die REM-Bilder der apikalen Schnittfläche der Wurzel 6, deren Kanalwände mit Adhese versiegelt wurden, welches anschließend **nicht** lichtpolymerisiert wurde, sodass die Polymerisation allein auf der chemischen Polymerisation beruhte. Die Ausbildung einer versiegelnden Adhäsivschicht ist auf Abbildung 37 in der Übersicht, in Abbildung 38 in der Detailansicht zu erkennen. Abbildung 39 zeigt die Detailansicht der apikalen Schnittfläche nach Thermocycling, die künstliche Alterung hat auch hier zur Destruktion der Adhäsivschicht geführt.

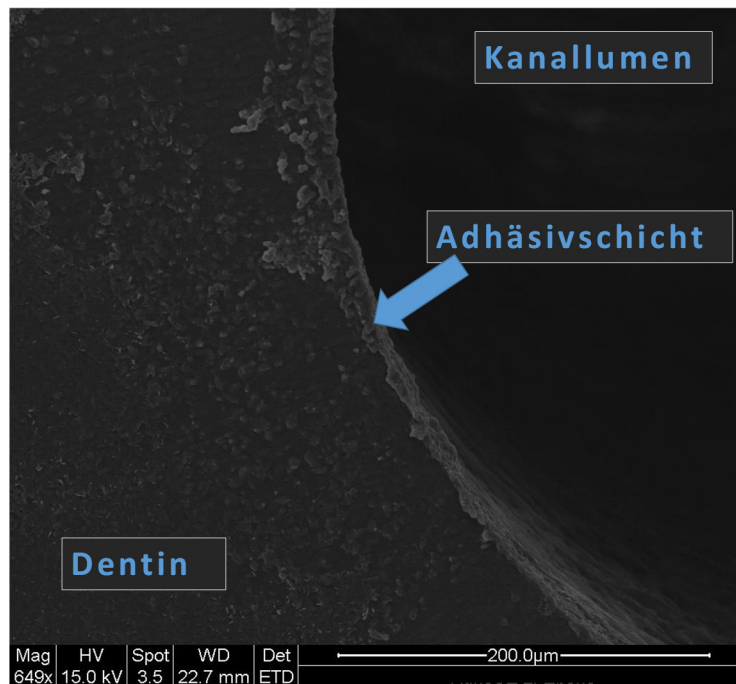


Abb. 37: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation): Die Adhäsivschicht ist markiert (Pfeil), ihre Dicke und Beschaffenheit erscheint ungleichmäßig. Das Kanallumen ist leer. Die Tubulstrukturen des Dentins sind auf der gesamten Schnittfläche schwierig zu erkennen.

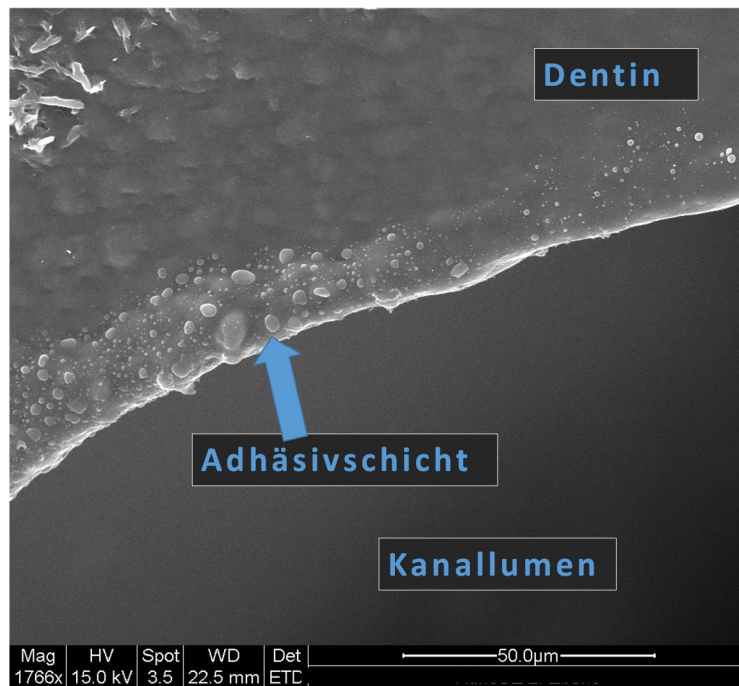


Abb. 38: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation) in der Detailansicht: Die Adhäsivschicht ist inhomogen und blasig. Dentintubuli sind nicht zu erkennen.

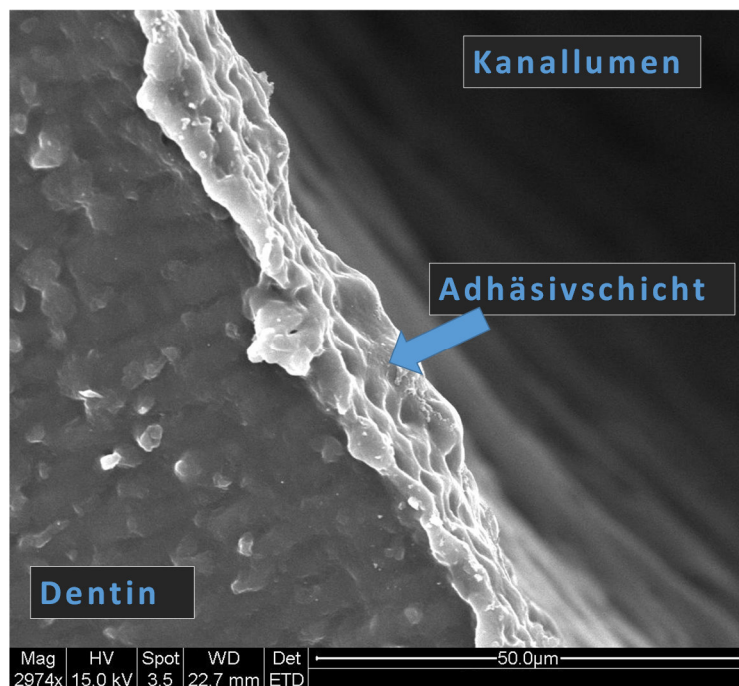


Abb. 39: REM-Bild der apikalen Schnittfläche der Wurzel 6 (Adhese ohne Lichtpolymerisation) nach Thermocycling: Die Adhäsivschicht ist zerklüftet und inhomogen alteriert.

#### **4.1.2 Zusammenfassende Wertung Teil 1**

Der rasterelektronenmikroskopische Nachweis der prinzipiellen Eignung von Adhäsiven zur Versiegelung der Dentinoberfläche im aufbereiteten Wurzelkanal konnte erbracht werden. Bei allen verwendeten Adhäsiven gelang eine Versiegelung der Kanalwand. Charakteristika der Adhäsivanwendung am Dentin wie die Ausbildung einer Interaktionszone Adhäsiv-Dentin und die Ausbildung von Bonding Tags konnten nachgewiesen werden. Die künstliche Alterung mittels Thermocycling wirkte sich negativ auf die Adhäsivschicht aus, führte zur Rissen, Spalten oder Destruktionen. Die eindrucksvollsten Hybridschichten ließen sich bei Anwendung von Optibond FL, Clearfill SE und Clearfill S3 aufzeigen. Suffiziente Versiegelungen gelangen nicht nur an der koronalen Schnittfläche, sondern auch apikal. Das Adhäsivmaterial konnte also in den gesamten Kanal eingebracht und über seine gesamte Länge hin suffizient lichtpolymerisiert werden. Die Verwendung des dual härtenden Adhäsive brachte keinen Vorteil gegenüber der Anwendung rein lichtpolymerisierender Adhäsive.

#### **4.1.3 Schlussfolgerungen für die Folgeversuche**

Nach dem erfolgreichen Nachweis der Eignung von Adhäsiven zur Versiegelung der Dentinoberfläche im aufbereiteten Wurzelkanal sollte in den folgenden Versuchen die Dichtigkeit der so gearteten Versiegelung untersucht werden. Nur bei einer suffizienten Abdichtung kann über eine Verwendung von Adhäsivsystemen zur Wurzelfüllung nachgedacht werden, stellt doch die dichte Obturation des Wurzelkanals ein Grundprinzip der erfolgreichen Wurzelfüllung dar, wie im Einleitungsteil beschrieben wurde.

#### **4.2.2 Ergebnisse des Hauptversuchs:** Photometrischer Nachweis von Methylenblau nach Penetration durch aufbereitete Wurzelkanäle von Rinderzähnen nach adhäsiver Versiegelung

In der Diagrammdarstellung stellt die y-Achse die dimensionslosen Messwerte für die Penetration von Methylenblau dar, wobei zur besseren Vergleichbarkeit in allen Diagrammen dieselbe Einteilung gewählt wurde. Die x-Achse gibt die Zeitachse an, die nicht linear dargestellt ist. Dabei wurde die Vielzahl der in 7.1 (S. 99ff) dargestellten Messwerte in Zeitintervallen wie folgt zusammengefasst: Zeitintervall „INITIAL“ bezeichnet den Zeitraum bis zu 48 Stunden, wobei die 5 Messwerte (30 min, 2h, 12h, 24h, 48h) addiert wurden und die Summe anschließend durch fünf dividiert wurde. Das Zeitintervall „WOCHE“ bezeichnet den Mittelwert der Messwerte „1w“ und „2w“. Das Intervall „MONAT“ übernimmt den Messwert „1m“. Das Intervall „JAHR“ bezeichnet den Mittelwert von „6m“ und „1y“. Das Intervall „LANGZEIT“ gibt den Messwert von „2y“ wieder.

Zu einer abschließenden Auswertung wurden in einem Abschlussdiagramm alle Präparate im Vergleich gegenübergestellt.



Bei **Gruppe 1**, der unversiegelten Kontrollgruppe, zeigte sich frühzeitig eine Blaufärbung des Wassers, erstmals bei Probe 3 nach 24 Stunden. Nach spätestens einem Monat war bei allen 10 Wurzeln der Kontrollgruppe eine deutliche Blaufärbung des Wassers zu erkennen, die Messwerte waren bei allen über die zweite Nachkommastelle (Messwert  $< 0,01$ ) hinaus angestiegen. Abbildung 45 zeigt das Diagramm zur Methylenblaupenetration aus dem Wurzelkanal ohne Versiegelung im zeitlichen Verlauf.

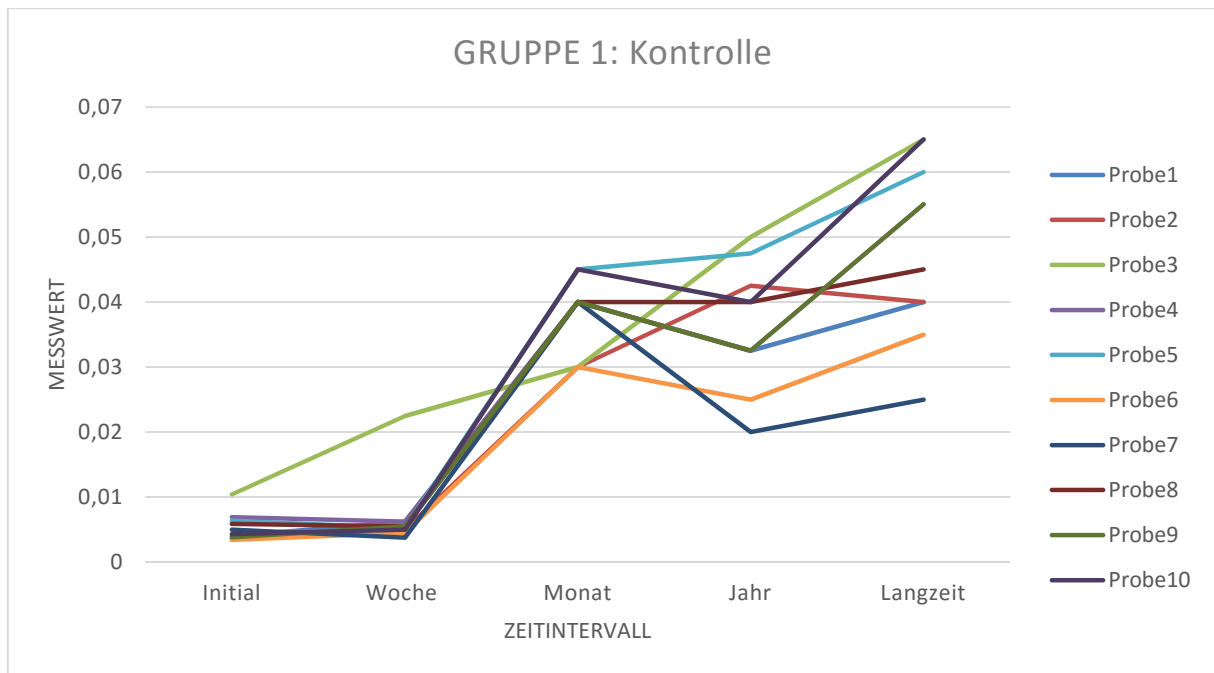


Abb. 45: Methylenblaupenetration aus dem Wurzelkanal ohne Versiegelung (GRUPPE 1) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblaupenetration; alle Proben werden frühzeitig undicht.

Bei **Gruppe 2**, deren Proben mit Optibond FL versiegelt wurden, blieben alle Proben im Langzeitverlauf über 2 Jahre „dicht“, das bedeutet, es zeigte sich weder eine Blaufärbung, noch ein Messwertanstieg über 0,01. Lediglich Probe 8 ergab nach 2 Jahren einen Messwert von 0,01, also exakt die Schwelle dicht-undicht. Abbildung 46 zeigt das Diagramm zur Methylenblaupenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Optibond FL im zeitlichen Verlauf.

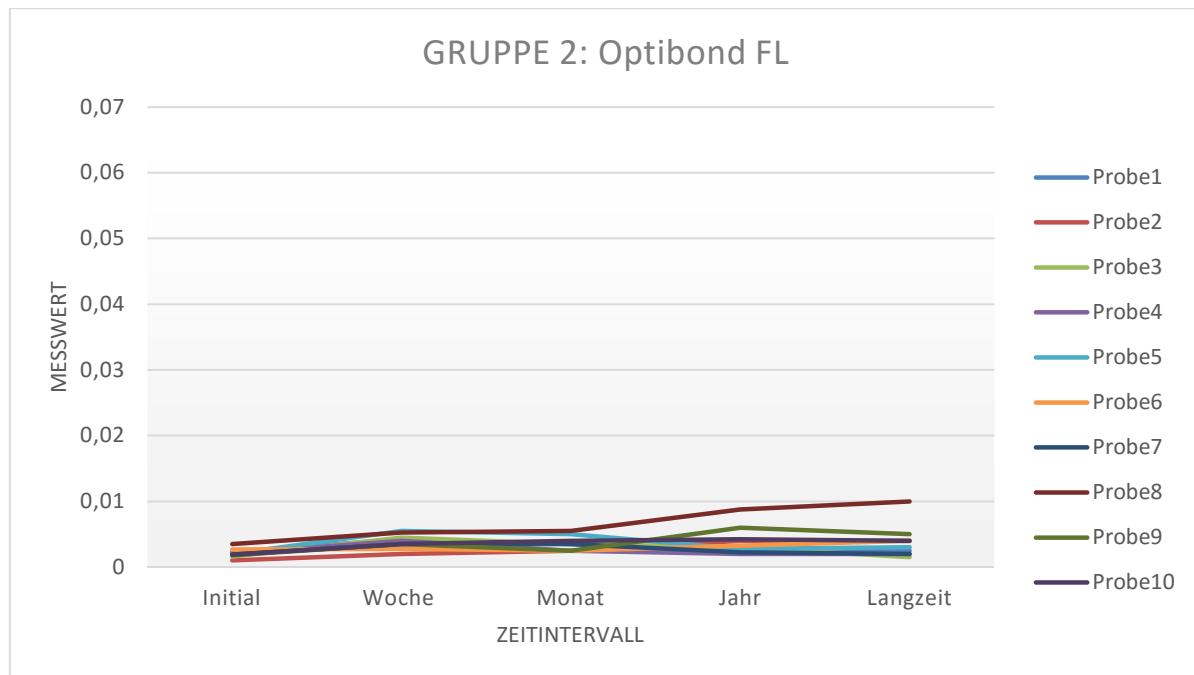
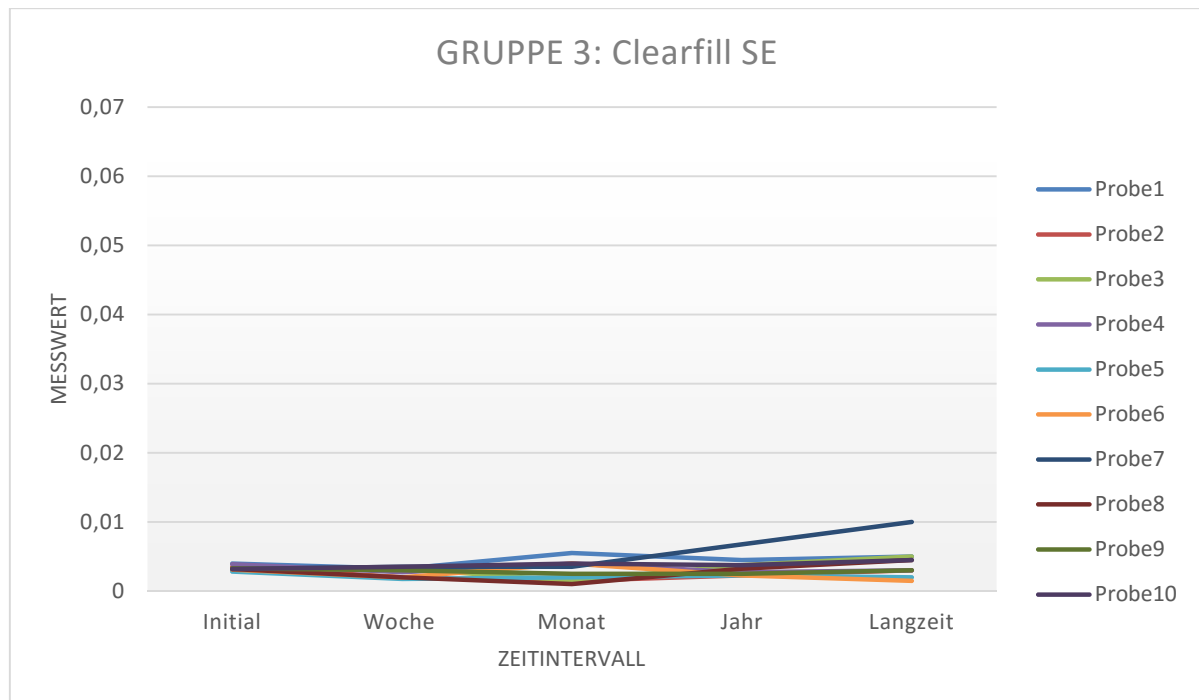


Abb. 46: Methylenblaupenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Optibond FL (GRUPPE 2) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblaupenetration; nur Probe 8 erreicht den Schwellenwert, alle bleiben dicht.



In der **Gruppe 3**, deren Proben mit Clearfill SE versiegelt wurden, blieben alle Proben im Langzeitverlauf über 2 Jahre „dicht“, das bedeutet, es zeigte sich weder eine Blaufärbung, noch ein Messwertanstieg über 0,01. Lediglich Probe 7 ergab nach 2 Jahren einen Messwert von 0,01, also exakt die Schwelle dicht-undicht. Abbildung 47 zeigt das Diagramm zur Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Clearfill SE im zeitlichen Verlauf.



*Abb. 47: Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Clearfill SE (GRUPPE 3) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration; nur Probe 7 erreicht den Schwellenwert, alle bleiben dicht.*

Bei **Gruppe 4**, deren Proben mit Clearfill Protect versiegelt wurden, versagte die Versiegelung von Probe 7 nach 24 Stunden, von Probe 2 nach 1 Monat, das Wasser wurde blau. Die Messwerte dieser Proben stiegen im weiteren Verlauf langsam an. Alle anderen Proben blieben im Langzeitverlauf über 2 Jahre „dicht“, das bedeutet, es zeigte sich weder eine Blaufärbung, noch ein Messwertanstieg über 0,01. Abbildung 48 zeigt das Diagramm zur Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Clearfill Protect im zeitlichen Verlauf.

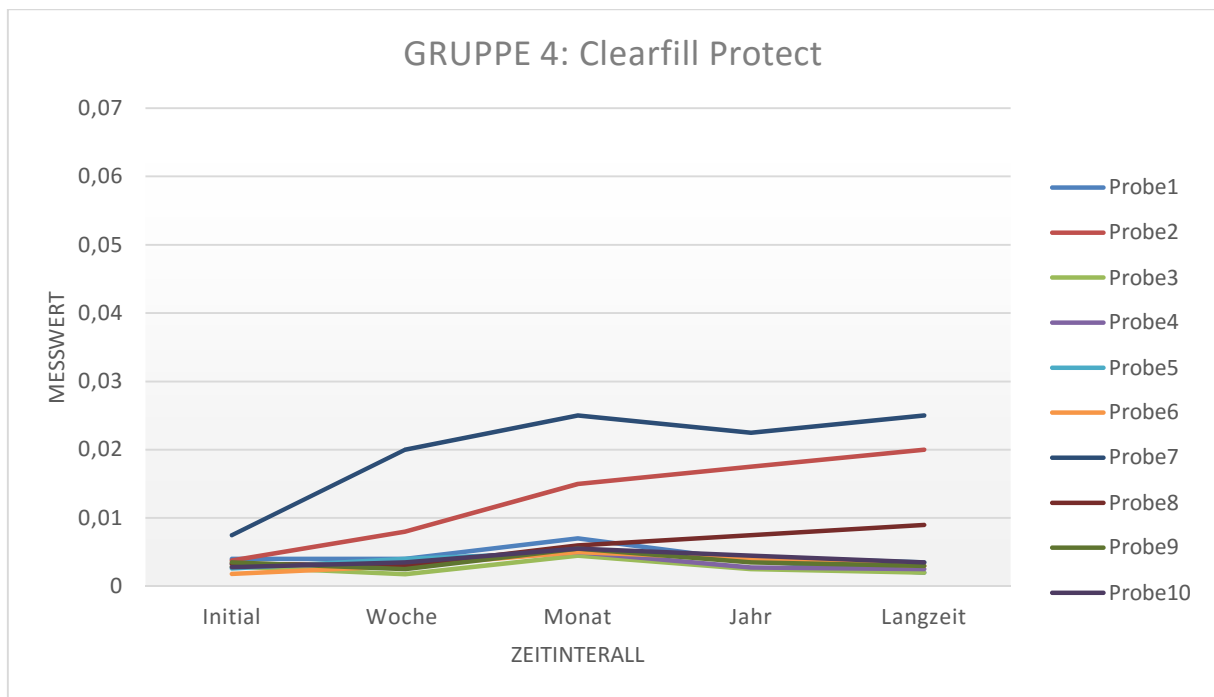


Abb. 48: Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Clearfill Protect (GRUPPE 4) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration; Probe 2 und Probe 7 werden undicht, die übrigen bleiben dicht.

In der **Gruppe 5**, deren Proben mit Clearfill S3 versiegelt wurden, blieben alle Proben im Langzeitverlauf über 2 Jahre „dicht“, das bedeutet, es zeigte sich weder eine Blaufärbung, noch ein Messwertanstieg über 0,01. Lediglich Probe 1 ergab nach 2 Jahren einen Messwert von 0,01, also exakt die Schwelle dicht-undicht. Abbildung 49 zeigt das Diagramm zur Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Clearfill S3 im zeitlichen Verlauf.

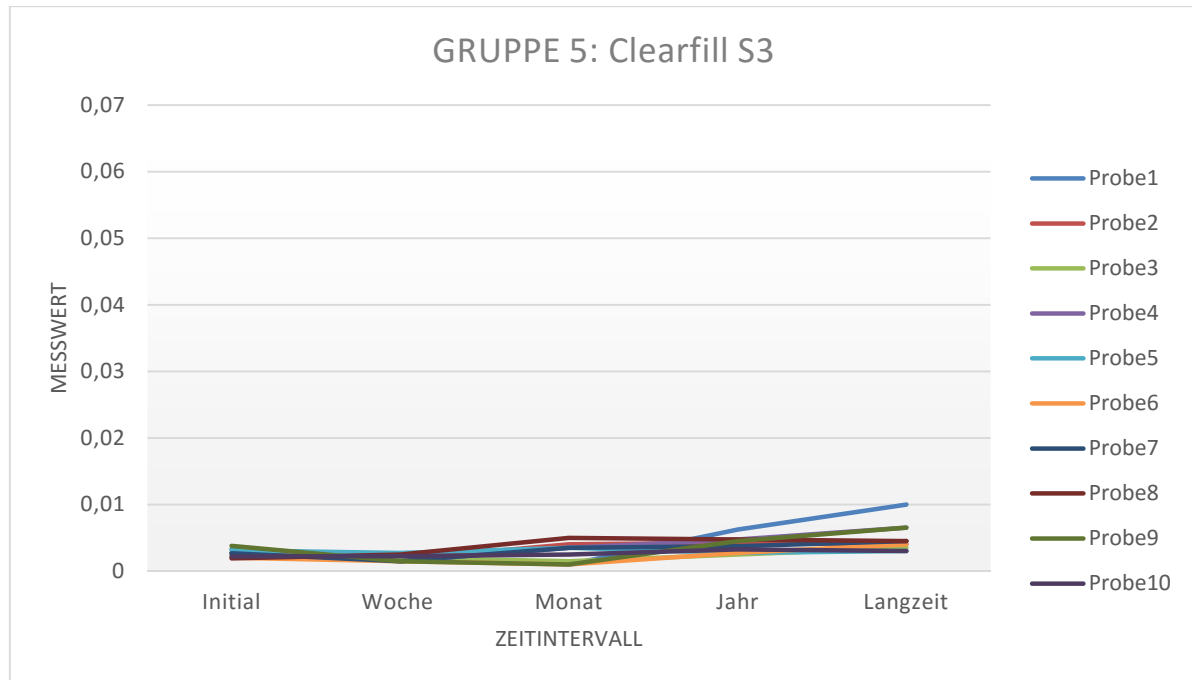


Abb. 49: Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Clearfill S3 (GRUPPE 5) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration; nur Probe 5 erreicht den Schwellenwert, alle bleiben dicht.

In der **Gruppe 6**, deren Proben mit Adhese versiegelt wurden, versagte die Versiegelung von Probe 3 nach 24 Stunden, von Probe 5 nach 1 Monat, von Probe 4, 6 und 10 nach 1 Jahr, das Wasser wurde blau. Die Messwerte dieser Proben stiegen im weiteren Verlauf langsam an. Die anderen 5 Proben blieben im Langzeitverlauf über 2 Jahre „dicht“, das bedeutet, es zeigte sich weder eine Blaufärbung, noch ein Messwertanstieg über 0,01. Abbildung 50 zeigt das Diagramm zur Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Adhese im zeitlichen Verlauf.

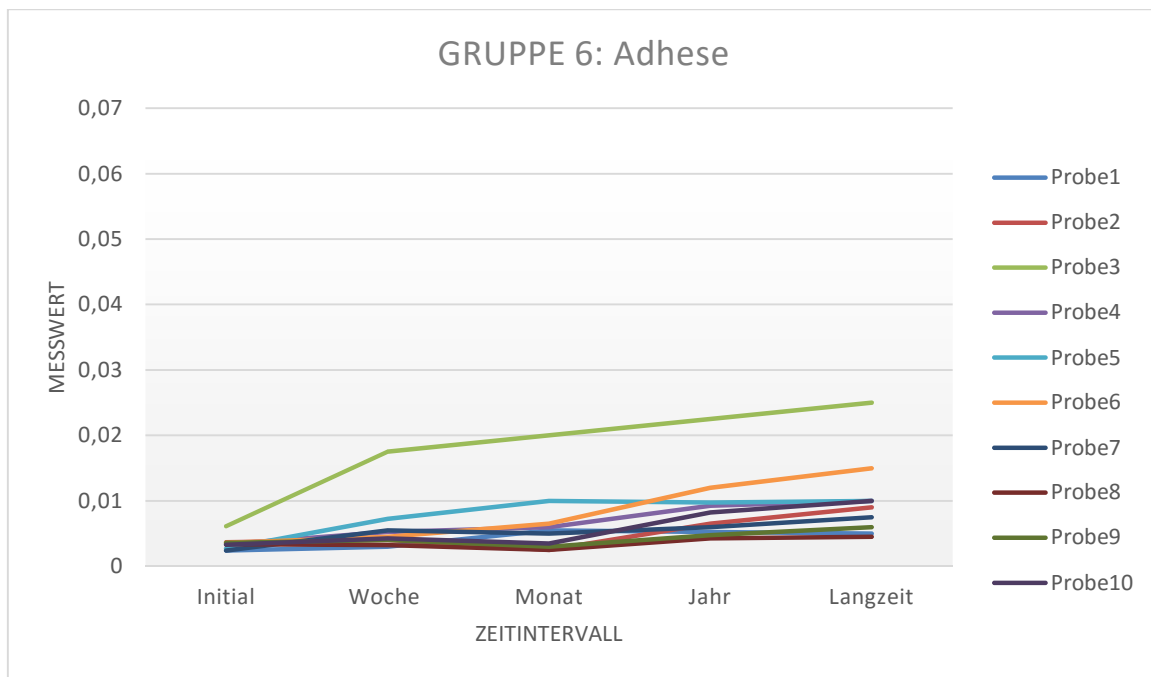
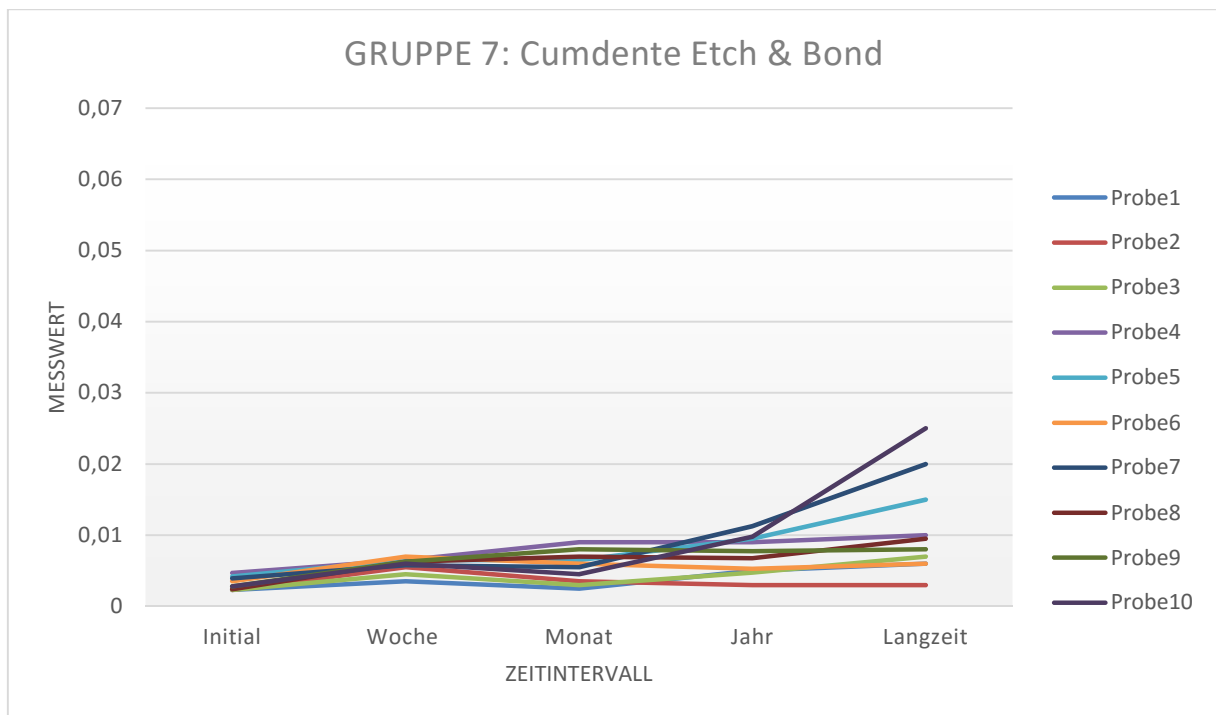


Abb. 50: Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Adhese (GRUPPE 6) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration; Probe 3, 4, 5, 6 und 10 werden undicht, die übrigen bleiben dicht.

In der **Gruppe 7**, deren Proben mit Cumdente Etch&Bond versiegelt wurden, versagte die Versiegelung von Probe 5, 7 und 10 nach 1 Jahr, von Probe 4 und 8 nach 2 Jahren, das Wasser wurde blau. Die Messwerte dieser Proben stiegen im weiteren Verlauf langsam an. Die anderen 5 Proben blieben im Langzeitverlauf über 2 Jahre „dicht“, das bedeutet, es zeigte sich weder eine Blaufärbung, noch ein Messwertanstieg über 0,01. Abbildung 51 zeigt das Diagramm zur Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Cumdente Etch&Bond im zeitlichen Verlauf.



*Abb. 51: Methylenblauenpenetration aus dem Wurzelkanal nach Versiegelung mit Cumdente Etch&Bond (GRUPPE 7) im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration; Probe 4, 5, 7, 8 und 10 werden undicht, die übrigen bleiben dicht.*

Die Darstellung der Messwerte in Diagrammen zeigt eine frühzeitige Undichtigkeit aller Proben in der Kontrollgruppe (Gruppe 1) und eine nahezu vollständige Dichtigkeit bei allen Proben in Gruppe 2 (Optibond FL), Gruppe 3 (Clearfill SE) und Gruppe 5 (Clearfill S3) im Verlauf über 2 Jahre. In Gruppe 4 (Clearfill Protect), Gruppe 6 (Adhese) und Gruppe 7

(Cumdente Etch&Bond) versagte die Versiegelung in 2 (Gruppe 4) bzw. in 5 Fällen (Gruppe 6 und 7). Mindestens die Hälfte aller Proben konnte auch in den Gruppen mit mehreren undichten Proben dauerhaft über 2 Jahre dicht versiegelt werden.

Abbildung 52 zeigt den Vergleich aller Adhäsivpräparate mit der Kontrollgruppe in einem Übersichtsdiagramm. Dabei bleibt die oben erläuterte Einteilung der Diagrammachsen erhalten. Zu beachten ist, dass alle Messwerte der 10 Proben in den Gesamtmesswert des Produktes zum angegebenen Zeitintervall einfließen, also auch die als „UNDICHT“ gewerteten. Errechnet wurde der Gesamtmesswert durch die Summe der in den oberen Diagrammen eingetragenen Messwerte zum angegebenen Zeitintervall dividiert durch 10. Dabei wurde auf die 5. Nachkommastelle gerundet. Im Vergleich zur Kontrollgruppe war die Methylenblauenpenetration nach 2-jähriger Untersuchungszeit bei Anwendung aller 6 untersuchten Adhäsive signifikant reduziert ( $p < 0,0083$ , korrigiert nach Bonferroni).

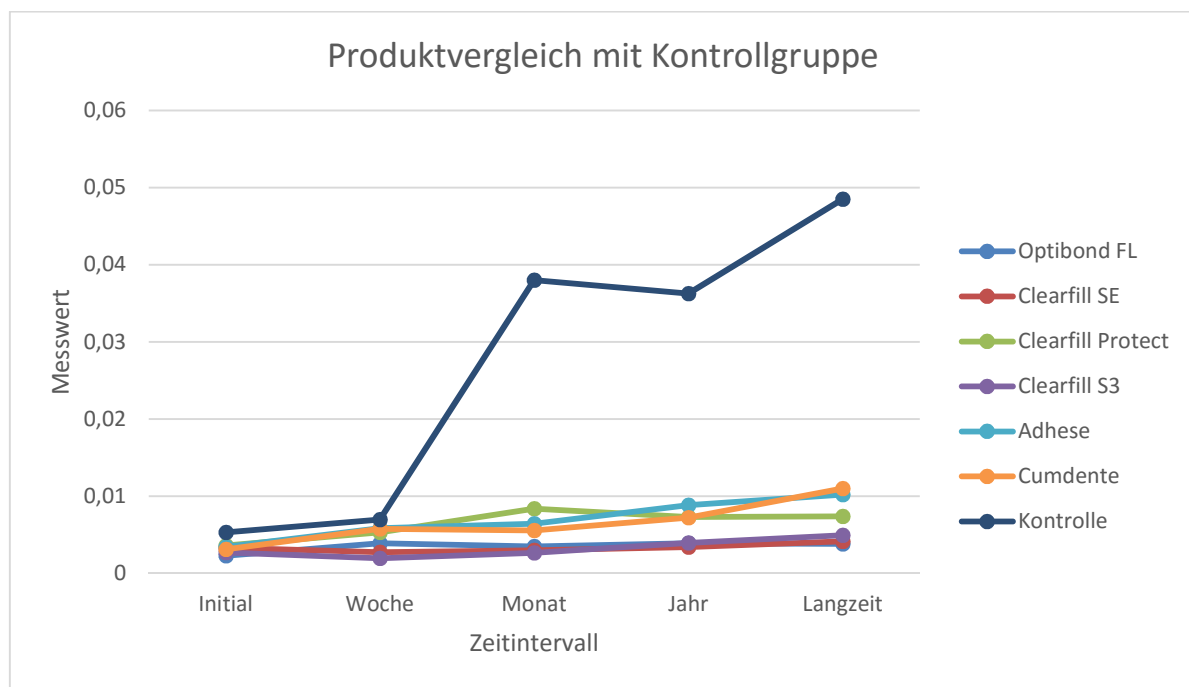


Abb. 52: Methylenblauenpenetration aus den Wurzelkanälen der Gruppen 1-7 im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration. Alle adhäsiv versiegelten Wurzeln zeigen eine deutlich reduzierte Methylenblauenpenetration im Vergleich zur Kontrolle.

Abbildung 53 zeigt den Vergleich aller Präparate ohne die Kontrollgruppe in einem Übersichtsdiagramm.

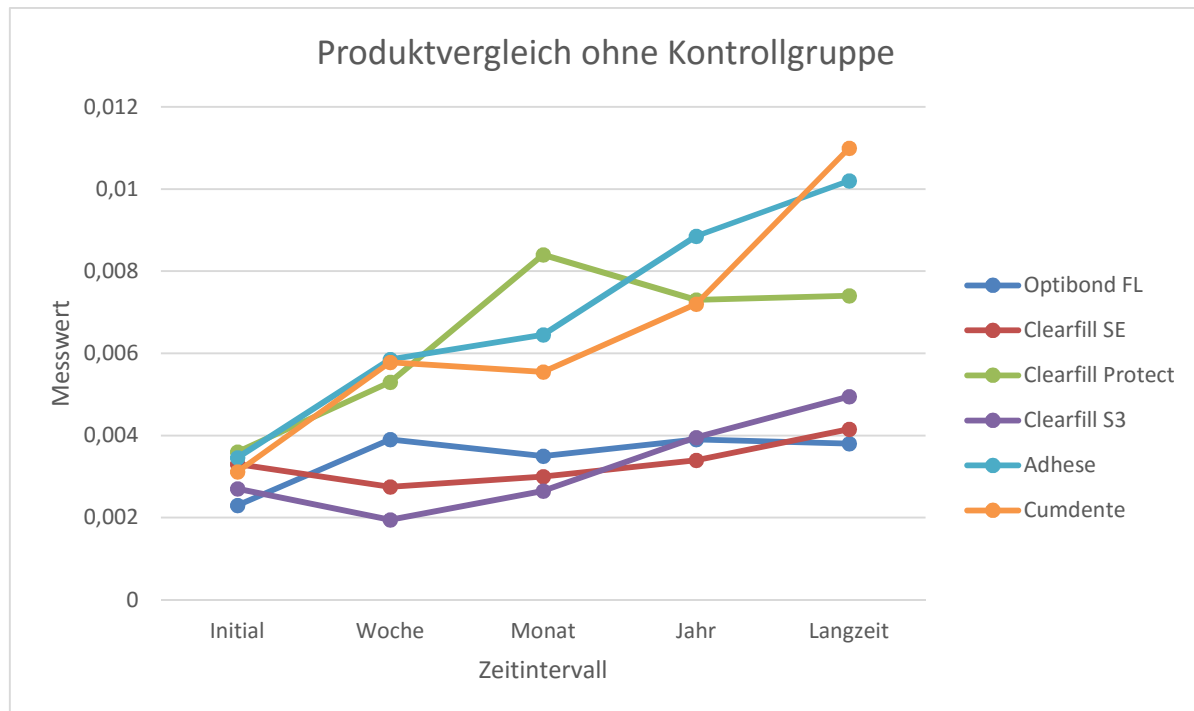


Abb. 53: Methylenblauenpenetration aus den Wurzelkanälen der Gruppen 1-7 im zeitlichen Verlauf über 2 Jahre: Y-Achse = dimensionsloser Messwert für die Methylenblauenpenetration. Das beste Versiegelungspotential zeigen Optibond FL, Clearfill SE und Clearfill S3. Die Methylenblauenpenetration aus den mit Adhese, Clearfill Protect und Cumdente versiegelten Wurzeln ist im Vergleich dazu erhöht.

Diese Darstellung erlaubt einen Vergleich der Versiegelungsqualitäten der Adhäsive. Die Einteilung der y-Achse ist hier verkleinert, um die Messwertunterschiede zu verdeutlichen. Die geringste Methylenblauenpenetration und damit die beste Versiegelung zeigen die Wurzeln nach Versiegelung mit Optibond FL, Clearfill SE und Clearfill S3. Die Methylenblauenpenetration durch die mit Adhese, Clearfill Protect und Cumdente Etch&Bond versiegelten Wurzeln ist im Vergleich dazu bereits nach einmonatiger Untersuchungszeit signifikant erhöht ( $p < 0,0002$ ).

Generell war mit allen Präparaten eine Versiegelung der aufbereiteten Wurzelkanäle möglich, die im Vergleich zur Kontrollgruppe ohne Versiegelung eine Abdichtung bewirkt hatte und eine Methylenblauenpenetration verhinderte oder stark reduzierte.



## **5 Diskussion**

### **5.1 Diskussion der Methodik**

#### **5.1.1 In-vitro-Studien**

Werden Experimente „in-vitro“ (lateinisch für „im Glas“) durchgeführt, lassen sich die Rahmenparameter wesentlich leichter kontrollieren und beeinflussen, als „in-vivo“ (lateinisch für „im lebendigen Organismus“). Zusätzlich können bei In-vitro-Studien von vorneherein ethische Bedenken minimiert werden. Die gewonnenen Ergebnisse lassen sich aber natürlich nicht ohne weiteres auf den lebenden Organismus übertragen. Um In-vitro-Untersuchungen mit einer möglichst großen Aussagekraft bezüglich des klinischen Verhaltens durchzuführen, spielt es deshalb eine entscheidende Rolle, dass sich der Versuchsaufbau möglichst eng an den realen Gegebenheiten orientiert. Die Arbeitsschritte dieser Studie wurden möglichst exakt an das klinische Vorgehen angelehnt, was die Schritte der Wurzelkanalaufbereitung und der Adhäsivanwendung betrifft. Ein genereller Kritikpunkt der In-vitro-Studie ist jedoch die Tatsache, dass in-vitro die komplette Übersicht über die Zahnwurzel, die aufbereitet und bearbeitet werden soll, gegeben ist. Der Arbeitsprozess kann optisch kontrolliert werden vor allem was die Kanalkonfiguration und den Endpunkt der Aufbereitung betrifft. In der Klinik stellen gerade die korrekte Bestimmung der Lage des Apex und die Erfassung der Kanalkonfiguration eine Herausforderung dar. In der vorliegenden In-vitro-Studie besteht ein zusätzlicher klarer Vorteil darin, dass der anatomische Apex vor Applikation der adhäsiven Medien dicht verschlossen wird. So wird ein Ausfließen der Substanzen aus dem Wurzelkanal nach apikal verhindert. Auf diese Problematik unter klinischen Bedingungen wird in Abschnitt 5.3.2 nochmals eingegangen werden.

#### **5.1.2 Präparatewahl und Auswahl der Methodik**

Im rasterelektronenmikroskopischen Teil 1 der Versuche wurden extrahierte humane Zähne verwendet. Die individuellen Unterschiede wie Größe, Wurzelanatomie, Kalzifizierung und Dentinqualität im Wurzelkanal und die Vorgeschichte jedes einzelnen Zahnes stellten nicht reproduzierbare und nicht kalkulierbare Variablen dar, entsprachen aber dem klinischen Bild. Es ergab sich so eine aussagekräftige Präparatevielfalt. Natürlich erfolgten die Behandlungsschritte der endodontischen Behandlungen allesamt unter Idealbedingungen, da

die Wurzeln in der Hand gehalten wurden und so die Problematik von Einsicht und Handhabung minimiert wurde. Trotzdem traten die Probleme wie das Einbringen der Adhäsive in die enge Apikalregion und die Entfernung von Überschüssen auf und konnten gelöst werden. Es muss aber festgestellt werden, dass eine Hauptschwierigkeit der adhäsiven Versiegelung von Wurzelkanalinnenwänden, nämlich das potentiell unkontrollierte Austreten der Adhäsive über den Apex in die Apikalregion bei dieser In-vitro-Studie vernachlässigt wurde, sowohl im Teil 1, wo es keine Rolle spielte, als auch später im Teil 2, wo ein apikaler Verschluss erfolgte. Sofern die vorliegenden Ergebnisse auf den Patienten übertragen werden sollen, ist dieser Problematik besondere Aufmerksamkeit entgegenzubringen.

Im Teil 2 der vorliegenden Arbeit zeigten die Vorversuche, dass sich für den geplanten Versuchsaufbau humane extrahierte Zähne nicht eignen. Gerade die angestrebten einkanalen, gerade konfigurierten einwurzeligen Zähne entstammten in den seltensten Fällen jugendlichen Gebissen, sondern waren in fortgeschrittenem Patientenalter extrahiert worden und hatten so bereits eine jahrelange Dentinealterung durchgemacht, was sich in der Undurchlässigkeit der Wurzelkanalinnenwände selbst ohne Versiegelung widerspiegelte. Deshalb wurde auf bovine Zähne zurückgegriffen, die sich, wie im Vorversuch 3 dargestellt, als sehr aussagekräftig im Hinblick auf die Methylenblau-penetration gezeigt haben. Die Wahl boviner Präparate stellt einen generellen Kritikpunkt dar; humane Präparate wären enger an die realen klinischen Gegebenheiten, also an die zahnärztliche Behandlung eines Patienten, angelehnt. Doch in der Literatur findet sich das bovine Zahnpräparat sowohl bei NAKAMICHI et al. (1983) als auch bei SCHILKE et al. (2000) als suffizientes mögliches Ersatzpräparat gerade im Hinblick auf den adhäsiven Verbund und die Dentinstruktur. Zu einem ähnlichen Ergebnis kam TITLEY et al. (2006) in einer Studie, die sich insbesondere auf bovine Frontzähne und ihre Schmelz-Dentin-Qualität bezog. Auch SCHILKE et al. (2000) untersuchte Dentinproben ebenfalls mit einem Rasterelektronenmikroskop, wie hier im Teil 1 der Arbeit praktiziert.

Die Lagerung der Proben erfolgte ständig im feuchten Milieu, um eine Austrocknung und damit eine Strukturveränderung zu verhindern (STRAWN et al. 1996). Dabei wurde auf einen bakteriziden Zusatz im wässrigen Milieu verzichtet, da u.a. durch die mehrstündige Lagerung in Natriumhypochlorit und die umfassenden Spüllungen von einer nahezu vollständigen Desinfektion der Proben ausgegangen wurde und eine eventuelle Keimbesiedlung der Lagerungsflüssigkeit nicht als ergebnisbeeinflussend angesehen wurde. Die Lagerung der Proben in destilliertem Wasser (oder Leitungswasser) findet sich in der Literatur an verschiedenen Stellen beschrieben (z.B. CRIM et al. 1993).

Die Wurzelkanalaufbereitung erfolgte bei allen Proben nach dem gleichen Muster und nach den gängigen Richtlinien. Dabei stand das Erreichen eines möglichst gut bis nach apikal zugänglichen und möglichst konischen geraden Kanals im Vordergrund, in den die zu verwendenden Adhäsivsysteme gut eingebracht werden konnten. Die bovinen Kanäle waren teilweise so weit, dass ein Einbringen der Präparate mit einem Microbrush bis ins apikale Drittel möglich war. Das wird in realiter kaum möglich sein. Hier stellten im Rahmen der vorliegenden Studie die weitlumigen, großen bovinen Zähne im Hinblick auf die Adhäsivapplikation einen großen Vorteil dar. Die grundsätzliche Idee der Wurzelkanalaufbereitung, nämlich die konische Formgebung zur Erleichterung und Optimierung der definitiven Füllung, wurde aber beibehalten. Dieses Ziel wird natürlich beim gerade konfigurierten Frontzahn deutlich leichter erreicht als bei stark gekrümmten oder s-förmigen Kanälen oberer Molaren, welche bei der Präparateauswahl von vornherein ausgeschlossen worden waren. Dieser Aspekt spiegelt aber die bekannte erhöhte klinische Schwierigkeit bei mehrkanaligen Zähnen im Vergleich zu einwurzeligen Frontzähnen wider.

Im Teil 1 der Arbeit hätte eine zusätzliche metrische Auswertung des rasterelektronischen Bildmaterials einen zusätzlichen Informationswert gehabt. Um suffiziente statistische Werte zu erhalten, wäre eine größere Anzahl von Proben notwendig gewesen. Der Schwerpunkt der Zielsetzung lag hier aber nicht in der Berechnung der Schichtstärken, sondern im grundsätzlichen elektronenmikroskopischen Nachweis einer Adhäsivversiegelung der Wurzelkanalinnenwände. Dabei wurden die Adhäsivsysteme so eingesetzt, als handele es sich um eine gewöhnliche dentinbegrenzte Kavität im koronalen Bereich. Weiterführende metrische Analysen sind durchaus vorstellbar und könnten Inhalt von Folgeuntersuchungen sein.

Im Teil 2 der Arbeit wurde mittels der beschriebenen Moosgummischeibenvorrichtung und späterer dunkler Lagerung versucht, den Lichteinfluss auf die Wurzeln zu minimieren, um das Milieu im Zahnfach zu simulieren. Natürlich kann sicher nicht von einer völligen Isolierung von Lichteinfluss auf die Wurzeln gesprochen werden. Gerade im Hinblick der nur von der koronalen Zugangskavität aus möglichen Lichtpolymerisation stellt dieser zusätzliche Lichteinfall auf die Wurzel im Bereich der Adhäsivsysteme einen Vorteil gegenüber der klinischen Situation dar. Es bleibt hier abschließend zu klären, ob die chemisch härtenden Adhäsivsysteme wie Adhese und Cumdente nicht unter absolutem Ausschluss von Seitenlicht gerade in der apikalen Region, die vom koronalen Polymerisationslicht schwer erreicht wird, einen Polymerisationsvorteil haben könnten. Gegebenenfalls ist das Einbringen des Polymerisationslichtes in die Tiefe des Kanals ein klinisches Problem, das bei der Anwendung

rein lichtpolymerisierender Adhäsive zu lösen wäre. Am Kanallumen orientierte Lichtleiter sind hier ein Denkansatz.

In der vorliegenden Studie wurde im Teil 2 zur Beurteilung der Dichtigkeit die Farbstoffpenetrationsmethode mit Methylenblaulösung angewandt. In der Literatur findet sie als „Dye Leakage Methode“ an vielen Stellen Verwendung, so zum Beispiel im Bereich der Dichteprüfung von Wurzelkanalfüllmaterialien (z.B. SANTOS et al. 2013, MODARESI et al. 2013, ASHRAF et al. 2013). Dabei werden Methylenblaulösungen in verschiedensten Konzentrationen benutzt (bei SANTOS 0,2% und bei MODARESI 2%). In der vorliegenden Studie wurde eine 0,5%ige Methylenblaulösung verwendet. Für die Messung des Mikroleakage entlang einer präformierten Kavität finden sich in der Literatur eine Vielzahl von Testvarianten, bei denen bakterielle, chemische oder radioaktive Substanzen aufgetragen werden und deren Penetration durch minimalste Undichtigkeiten nachgewiesen werden kann. Als weitere Beispiele angeführt seien hier die Verwendung von Kupfer-Ionen (MODARESI et al. 2013) oder das „Bacterial Leakage“, wobei häufig *e. faecalis* zum Einsatz kommt (ASHRAF et al. 2013).

In vorliegender Studie wurde die Farbstoffmethode gewählt, da hier eindrucksvoll durch das kräftige Blau ein optischer Nachweis für das bloße Auge erkennbar ist. Gerade in den Vorversuchen ergab sich hierdurch eine Vereinfachung, wenn es nur auf ein positives oder negatives Ergebnis ankam und weitere Parameter vorerst von nur geringem Interesse waren. Die Menge an ausgetretenem Farbstoff wurde im Hauptversuch dann photometrisch bestimmt, hier waren auch Konzentrationen unterhalb der vom Auge erfassbaren Bereiche nachweisbar. Zusätzlich ermöglichten die reproduzierbaren, dimensionslosen photometrischen Messwerte eine vergleichende Darstellung der Menge des ausgetretenen Farbstoffes innerhalb der Gruppen und eine Darstellung der Farbpenetration im zeitlichen Verlauf.

Die Proben wurden mittels Anwendung des Thermocyclings einer künstlichen Alterung unterzogen. Thermocyclische Wechselbelastung ist eine weitverbreitete Methode, die zu untersuchenden Materialien und insbesondere Klebeflächen in kurzer Zeit stark zu belasten und hat in der Regel eine Verschlechterung der Verbundqualität zur Folge (XU et al. 2014), was auch in dieser Studie belegt werden konnte.

### **5.1.3 Anwendung adhäsiver Materialien im Wurzelkanal**

Der Ansatz der Verwendung von adhäsiven Werkstoffen im Wurzelkanal hat einen Grundstein in einer Arbeit von TEIXEIRA et al. (2004), die erstmals nachweisen konnte, dass eine als „Monoblock“ bezeichnete Wurzelfüllung durch den adhäsiven Verbund zwischen dem niedrigviskösen Sealer und dem Kernmaterial auf Polyesterbasis bessere Werte bezüglich der bakteriellen Penetration erreichte als die konventionelle Wurzelfüllung auf Basis von Guttapercha und Sealer. Zu einem ähnlichen Ergebnis kam SHIPPER (2004) bei Verwendung von Resilon. 2007 hinterfragten TAY et PASHLEY die Monoblock-Theorie kritisch. Verschiedene Aspekte, die bei der Anwendung adhäsiver Systeme zu Schwierigkeiten führen können und gerade bei der Verwendung im Wurzelkanal von entscheidender Bedeutung sind, sollen an dieser Stelle in Anlehnung an BEER et al. (2011) herausgearbeitet werden.

#### **5.1.3.1 Besonderheiten des intraradikulären Dentins**

MJÖR et al. präzisierten bereits 2001 in einer deskriptiven histologischen Studie die anatomischen Besonderheiten des intraradikulären Dentins, die bei der Anwendung adhäsiver Materialien im endodontologischen Bereich beachtet werden müssen. Sie führen hier unter anderem das Auftreten von irregulären Dentinstrukturen, Resorptionslakunen, reparativem Dentin und Dentikeln an. Sie betonen, dass die erfolgreiche Anwendung von Adhäsiven in der Apikalregion von der erfolgreichen Ausbildung einer Hybridschicht abhängt. Laut MJÖR et NORDAHL (1996) nehme die Dichte der Dentintubuli von koronal nach apikal ab. Auch FERRARI untersuchte 2000 die Strukturcharakteristik des Wurzeldentins und kam zu dem Schluss, dass in Bereichen mit geringerer Dentintubulidichte die ausgebildete Hybridschicht deutlich dünner ausfiel, als in Bereichen höherer Dichte. Insgesamt unterliegt also die Applikation von Dentinadhäsiven im Wurzelkanal auch aus Gründen der besonderen Dentinstruktur ungünstigeren Voraussetzungen als der Anwendung im koronalen Dentinbereich, umso mehr, je weiter apikal (SUZUKI et al. 2014).

#### **5.1.3.2 Anatomische Konfiguration der Wurzel, des Wurzelkanals und des Apex**

Nach der Aufbereitung weitlumiger, gerade konfigurierter Kanäle an einwurzeligen Zähnen ist die Applikation aller folgenden Adhäsive gut möglich, teilweise unter relativer Übersicht. Gerade die hier verwendeten bovinen Zähne bringen eine ideale Konfiguration mit sich. In-vivo werden mehrwurzelige, mehrkanalige Zähne im Molarenbereich mit engen und gekrümmten Kanälen eine große Hürde für die Anwendung adhäsiver Materialien darstellen.

Bei der Wurzelkanalbehandlung in-vivo fehlt generell die in dieser Studie so hilfreiche Übersicht und vor allem ein Aspekt birgt eine Herausforderung:

In-vivo ist der apikale dichte Verschluss vor Einbringung der Adhäsive ein Problem. Ein Ausfluss ins periapikale Gewebe ist nicht zu verhindern, wenn keine Abdichtung erfolgt. Die Folgen der Adhäsivkontamination im Periapex sind aktuell nicht absehbar, aber höchstwahrscheinlich als negativ einzuschätzen. KIERKLO et al. (2012) wiesen zytopathische Effekte auf Fibroblasten der Gingiva nach, wobei drei repräsentative Adhäsivsysteme untersucht wurden (Helio Bond, Adper Single Bond 2 und Xeno V). Eine ähnlich schädliche Auswirkung auf das lebendige Gewebe des Periapex ist zu erwarten. Zugleich stellt eine apikale Barriere eine Notwendigkeit zur Etablierung eines trockenen Milieus vor Einbringung der Adhäsive dar. Denksätze zum apikalen Abschluss finden sich in Studien zur Behandlung von jugendlichen Zähnen, deren Apexifikation eingeleitet werden soll. KHETARPAL et al. (2014) nutzten Biodentin als neuen Werkstoff zur Etablierung einer apikalen Barriere, ALHADDAD ALHAMOUI et al. (2014) beschrieben drei verschiedene Techniken zur Apexifikation bei der Verwendung von Pro Root MTA. Auch YAZDIZADEH et al. (2013) und TABRIZIZADE et al. (2014) verwendeten erfolgreich MTA. Für die Wurzelspitzenresektion verwendeten ASHRAF et al. (2013) Resilon/Epiphany und Pro Root MTA zum apikalen Verschluss im Vergleich, wobei das Ergebnis im Hinblick auf das Abdichtungsvermögen für beide Materialien vergleichbar gut ausfiel. TAY et al. (2007) testeten Ceramicrete erfolgreich. Allerdings wird bei der Wurzelspitzenresektion der apikale Verschluss unter Sicht nach chirurgischer Darstellung des Apex vorgenommen, wohingegen bei der Verwendung eines der genannten Materialien bei dem in der vorliegenden Studie vorgestellten Konzept der Apexverschluss „blind“ von koronal erfolgen müsste. Die Problemstellung des definierten Endpunktes eines in irgendeiner Form flüssig eingebrachten Füllmaterials stellt sich auch bei der Verwendung von Guttapercha in erwärmter Form. Die als 3D-Obturation bekannt gewordene Methode nach SCHILDER (1967) löst das apikale Verschlussproblem mittels eines Mastercone, der am apexnahen Ende des Kanals anliegt. Die Anwendung sollte dabei auf Zähne beschränkt bleiben, die apikal sicher einen Dentinpfropf und damit einen definierten Stopp aufweisen. Ist die Herausforderung eines apikalen Stopps gelöst, erscheint die Verwendung visköser Materialien eine gute Auffüllung des Wurzelkanals in drei Dimensionen zu ermöglichen, wodurch die Idee der Verwendung eines wie auch immer gearteten Flowable Composite nach erfolgreichem Bonding der Wurzelkanalinnenwände auf einen erfolgreichen Ansatz hoffen lässt.



### **5.1.3.3 Werkstoffkundliche Aspekte**

#### **5.1.3.3.1 Water treeing**

Eine Problematik der Anwendung von Adhäsivsystemen, die gerade bei der Anwendung im Wurzelkanal zum Tragen kommt, ist die Schwierigkeit der vollständigen Evaporation von Wasser aus dem Primer. TAY et al. haben in mehreren Arbeiten (2003, 2004) nachgewiesen, dass gerade dünne Dentinadhäsivschichten auch nach ihrer Polymerisation als permeable Membran fungieren können und Flüssigkeitsbewegungen ermöglichen. Es können Wasserblasen im Grenzbereich zwischen Adhäsiv und Komposit entstehen, ein Phänomen, das als „Water Treeing“ von TRAY et PASHLEY (2003) beschrieben wurde und zur Verringerung von Haftwerten führte. Dieses Water treeing sei bei vitalen und devitalen/wurzelkanalbehandelten Zähnen nachzuweisen und könne die Haftung von Kompositen negativ beeinflussen. CHERSONI et al. präzisierten 2005, dass besonders Ein-Schritt-Total-Etch und Self-Etch-Adhäsive diesem Phänomen unterliegen, während die Problematik bei klassischen 3-Schritt-Systemen nicht nachgewiesen wurde. Speziell im apikalen Anteil, wo dünne Hybridschichten zu erwarten sind, ist hier mit Problemen zu rechnen.

#### **5.1.3.3.2 Polymerisationsschrumpfung**

Adhäsiv verarbeitete Materialien aller Art unterliegen der Polymerisationsschrumpfung, der Schrumpfung des Volumens während des Abbindevorgangs. Charakterisiert wird diese Eigenschaft durch den C-Faktor, den Cavity-configuration-Factor, dem Verhältnis von gebundener zu ungebundener Oberfläche des Materials, also die adhäsiv behandelte Zahnhartsubstanzoberfläche im Verhältnis zur freien Grenzfläche zur Luft. In der Theorie fließt während der Polymerisation Kompositmaterial von der freien Oberfläche nach, wodurch Spannungen im Material verringert und Randbereichrisse reduziert werden. Der C-Faktor gilt als entscheidender Einflussfaktor für die Dentinadhäsion (NIKOLAENKO et al. 2004), ein hoher Anteil gebundener Oberfläche und damit ein hoher C-Faktor erhöht die Gefahr des Adhäsionsverlustes durch Schrumpfung und begünstigt Randspalten (FEILZER et al. 1987). TAY et al. (2005) übertrugen die C-Faktor-Theorie auf den Wurzelkanal und ergänzten den S-Faktor (Shrinkage-Faktor). Sie kamen zur Schlussfolgerung, dass im Wurzelkanal der negative Zusammenhang von C- und S-Faktor durch die nach apikal abnehmende Schichtstärke eine schlechtere Adhäsion am Dentin bedinge als im Bereich des koronalen Dentins bei gleichbleibender Schichtstärke.

### **5.1.3.3.3 Der Smear Layer und der Einfluss von Spüllösungen**

Die chemische Reinigung ist eine Grundvoraussetzung für eine suffiziente Aufbereitung des Wurzelkanals. Die Auswirkung der Spüllösungsagenzien auf die Struktur des anschließend adhäsiv zu behandelnden Dentins wurde mehrfach untersucht, ganz aktuell von HOMAYOUNI et al. (2014), wo die negative Auswirkung von ausgebildeten Präzipitaten nach der Anwendung von Natriumhypochlorit und Chlorhexidin auf das Abdichtungsverhalten des Sealers AH26 in Kombination mit Guttapercha zur Wurzelfüllung nachgewiesen werden konnte. Gerade bei der unabdingbar notwendigen Ausbildung einer Hybridschicht sind Strukturveränderungen am behandelten Wurzeldentin und am Smear Layer durch die verwendeten Spüllösungen kritisch zu betrachten.

## **5.2 Diskussion der Ergebnisse**

### **5.2.1 Diskussion der Ergebnisse von Teil 1**

In der rasterelektronenmikroskopischen Darstellung konnten die eindrucksvollsten Hybridschichten bei Anwendung von Optibond FL, Clearfill SE und Clearfill S3 nachgewiesen werden. Zu ähnlichen Ergebnissen kamen BITTER et al. (2004), die unter Verwendung eines konfokalen Laser-Scanning-Mikroskops die Hybridschichten der Produkte Clearfill Core/New Bond (Kuraray Europe, Hattersheim/Main/Germany), Multilink (Ivoclar Vivadent, Schaan/Liechtenstein), Panavia 21/ED Primer (Kuraray Europe, Hattersheim/Main/Germany), PermaFlo DC (Ultradent Products, Inc., South Jordan, UT, USA) und Variolink II/Excite DS (Ivoclar Vivadent, Schaan/Liechtenstein) nach Anwendung im Wurzelkanal untersuchten. Sie wiesen dickere, gleichmäßigere Hybridschichten mit zahlreicheren Bonding tags bei Verwendung von Ein- und Zwei-Flaschen-Systemen nach Anätzen mit Phosphorsäure nach. Die Verwendung selbstätzender Adhäsive ergab dünnere, inhomogenere Hybridschichten und weniger Tags. Sie nahmen an, dass die hochwertigeren Hybridschichten einen besseren Halt des Stiftaufbaus begünstigen könnten. Auch MAJETI et al. (2014) empfehlen das Anätzen zur Verbesserung des Stiftaufbauhaltes, wobei sie keine signifikanten Unterschiede in der Haltverbesserung nach Anätzen mit Phosphorsäure oder einer Vorbehandlung mit Wasserstoffperoxid nachweisen konnten.

Überraschenderweise konnte in der vorliegenden Studie das dual härtende Adhäsiv Adhese keine besseren Ergebnisse erzielen als die rein lichthärtenden Produkte, obwohl ein Vorteil gerade in der vom Polymerisationslicht nur schlecht zu erreichenden Apikalregion denkbar

wäre. Auch MALYK et al. (2010) untersuchten u.a. Adhese nach Anwendung im Wurzelkanal. Sie stellten jedoch fest, dass die Tag-Ausbildung zwar nicht im gesamten Kanal nachzuweisen war, aber die Verwendung des Aktivators ihre Anzahl und Dichte signifikant erhöhte. PERDIGAO et al. (2007) beobachteten bei der Anwendung von Adhese im Wurzelkanal eine besonders geringe Ausbildung von Tags, vor allem im apikalen Drittel.

Die künstliche Alterung durch Thermocycling führte, wie auch bei XU et al. (2014) beschrieben, bei allen Produkten zur Alteration der Hybridschicht, und es konnten Risse, Spalten oder Destruktionen dargestellt werden.

### **5.2.2 Diskussion der Ergebnisse von Teil 2**

Generell war im Hauptversuch der vorliegenden Studie mit allen Präparaten eine Versiegelung der aufbereiteten Wurzelkanäle möglich, die im Vergleich zur Kontrollgruppe ohne Versiegelung eine Abdichtung bewirkt hatte und eine Methylenblaupenetration verhinderte oder stark reduzierte.

Die geringste Methylenblaupenetration und damit die beste Versiegelung zeigten die Wurzeln nach Versiegelung mit Optibond FL, Clearfill SE und Clearfill S3. Bei diesen Adhäsiven erreichte jeweils nur eine Probe der Gruppe den Schwellenwert dicht-undicht. Interessanterweise unterscheiden sich die Adhäsive in der Anzahl ihrer Arbeitsschritte. Optibond FL stellt ein Zwei-Komponenten-Adhäsiv für die Total-Etch-Technik dar und hat somit den aufwändigsten Verarbeitungsprozess. Clearfill SE ist ein Self-Etch-Adhäsiv und Clearfill S3 ein One-bottle-Adhäsiv. Die Methylenblaupenetration durch die mit AdheSE (selbstätzendes 2-Flaschen-Adhäsiv), Clearfill Protect (selbstätzendes 2-Flaschen-Adhäsiv mit antibakteriellem Monomer im Primer) und Cumdente Etch&Bond (dual härtendes All-in-One-Adhäsiv) versiegelten Wurzeln war im Vergleich dazu erhöht.

Bei koronalen Restaurationen gilt gemäß DeMUNCK et al. (2006) weiterhin ein mit Phosphorsäurekonditionierung arbeitendes Mehrflaschensystem (z.B. Optibond FL) als Goldstandard. Platz 2 nehmen selbstkonditionierende Zwei-Schritt-Adhäsivsysteme (z.B. Clearfill SE) ein, gefolgt von mit Phosphorsäurekonditionierung arbeitenden Einflaschensystemen (z.B. iBond Total Etch/Heraeus Kulzer, Wehrheim/Germany). Die schlechtesten Ergebnisse weisen selbstkonditionierende All-in-One-Produkte vor (z.B. Adper Easy Bond/3M ESPE), wobei aber nach BLUNCK et ZASLANSKY (2007) gerade in dieser Gruppe keine einheitliche Tendenz bestehe. Eine generelle Empfehlung ist auch die von FRANKENBERGER et al. (2008) beschriebene Variante, ein selbstkonditionierendes Zwei-

Schritt-System mit einer selektiven Schmelzätzung zu kombinieren. Zu beachten ist dabei, dass diese rein wissenschaftliche Betrachtung die möglichen Fehler bei der Anwendung nicht beachtet. In einer Untersuchung von MIYAZAKI et al. (2000) wird die Anwendungssensibilität von Adhäsiven deutlich, erreichten bei der Anwendung desselben Adhäsivs im selben Versuchsaufbau Klinikmitarbeiter 15 MPa Haftwerte, Studenten 6 MPa und niedergelassene Kollegen 4 MPa.

In der vorliegenden Studie zeigten 3 Adhäsive mit unterschiedlichem Verarbeitungsmuster beste Versiegelungseigenschaften. Die naheliegenden Vorteile dual härtender Adhäsive im Wurzelkanal bestätigten sich auch im Hauptversuch nicht, Adhese und Cumdente Etch&Bond waren den rein lichthärtenden Adhäsiven unterlegen. Gerade das Produkt Cumdente Etch&Bond, das vom Hersteller in Verbindung mit Cumdente Seal 3D als adhäsives Wurzelfüllmaterial beschrieben wird, konnte nicht überzeugen.

### **5.3 Schlussfolgerungen**

Die Verwendung adhäsiver Materialien im Wurzelkanal ist seit längerer Zeit ein Ansatz zur Etablierung einer suffizienten, prognostisch guten Wurzelkanalfüllung. So beschrieben GOGOS et al. (2003) deutlich verbesserte Haftkräfte des Sealers AH26 im Wurzelkanal, wenn zusätzlich Dentinbonding verwendet wurde. Bei der Anwendung von Adhäsiven am intraradikulären Dentin konnten MANNOCCI et al. (2001) Haftwerte ermitteln, die nur geringfügig unter denen am koronalen Dentin lagen. Gerade im Hinblick auf die Verankerung koronaler Restaurationen mittels im Wurzelkanal adhäsiv befestigter Stifte gilt die Klebetechnik als etabliert und erfolgreich. Trotz einer Vielzahl noch zu überwindender Hürden konnte im Rahmen der vorliegenden Studie nachgewiesen werden, dass die Verwendung der im koronalen Dentin üblichen Materialien auch im Wurzelkanal möglich ist und zu einer dichten, haltbaren Dentinversiegelung der Wurzelkanalinnenwände genutzt werden kann. Dabei entsprechen - soweit beurteilbar - die Ergebnisse für die untersuchten Materialien und Materialgruppen jenen, die aus Untersuchungen an koronalen Restaurationen vorliegen. Bei adhäsiven Füllwerkstoffen für den Wurzelkanal wären die mikromechanische Verankerung und chemische Verbundmechanismen der Dentinversiegelung ein deutlicher Fortschritt im Sinne der geforderten flüssigkeitsdichten Obturation im Gegensatz zu konservativen Wurzelfüllmaterialien, deren Haftung hauptsächlich auf mechanischen Mechanismen beruht. Zu diesem Ergebnis kamen auch TEIXEIRA et al. (2004), die eine signifikante Reduktion des Bacterial leakage bei adhäsiver Wurzelfüllung („Monoblock“) im Vergleich zur

konventionellen Guttaperchafüllung nachwiesen. Nachteilig wäre sicherlich die erschwerte Wurzelkanalrevision bei adhäsiven Füllwerkstoffen bis hin zur Unmöglichkeit einer Revision. Generell stellt sich die Frage, inwieweit nach erfolgreicher, dichter Versiegelung des Wurzelkanaldentins noch das zusätzliche Einbringen eines Wurzelkanalfüllmaterials notwendig ist, wäre doch theoretisch die Forderung nach einem bakteriendichten Verschluss durch die Dentinversiegelung bereits erfüllt, sofern auch nach apikal eine suffiziente Abdichtung stattgefunden hätte.

Bei der vorliegenden Untersuchung handelte es sich lediglich um eine In-vitro-Studie. Bei weitem nicht alle Faktoren und Gegebenheiten, die in der Mundhöhle während des Verarbeitungsprozesses und nach Einbringen der Adhäsivsysteme auf den Zahn einwirken, konnten dabei berücksichtigt werden. Für definitive Aussagen im Hinblick auf die Tauglichkeit von Adhäsivsystemen im Wurzelkanal sind weiterführende Studien und gegebenenfalls auch klinischen Studien unabdingbar.

Können die aufgeführten Hürden genommen werden und weiterführende Studien den Ansatz fortführen, ist die Idee der Verwendung etablierter adhäsiver Materialien zur dreidimensionalen Füllung des Wurzelkanals als mögliche Alternative zu etablierten Wurzelkanalfüllwerkstoffen zu sehen.

## 6 Literaturverzeichnis

1. Albaladejo A, Osorio R, Toledano M, Ferrari M (2010) Hybrid layers of etch-and-rinse versus self-etching adhesive systems. *Med Oral Pathol* 15, 112–118
2. Alhaddad Alhamoui F, Steffen H, Splieth CH (2014) The sealing ability of ProRoot MTA when placed as an apical barrier using three different techniques: An in-vitro apexification model. *Quintessence Int* 8, 342ff
3. Ashraf H, Faramarzi F, Paymanpour P (2013) Sealing Ability of Resilon and MTA as Root-end Filling Materials: A Bacterial and Dye Leakage Study. *Iran Endod J* 8, 177–181
4. Baumann M (2002) Endodontie: Rückblick und Ausblick. *Endodontie Journal* 1, 6-17
5. Barnett F, Trope M (2004) Resilon: A novel material to replace gutta percha. *Contemp Endod* 1, 16-19
6. Bawazir OA (2014) Micro leakage of composite resin restorations following contamination with primary teeth root canal filling materials: an in vitro study. *Oral Health Dent Manag* 13, 866–869
7. Beer R, Baumann M (1994) *Praktische Endodontie*. Urban und Schwarzenberg, München, Wien, Baltimore
8. Beer R, Espig C, Espig A (2011) State of the art: Wurzelkanäle adhäsiv und dauerhaft füllen. *Endodontie Journal* 1, 6-11
9. Bergmans L, Moisiadis P, De Munck J, Van Meerbeek B, Lambrechts P (2005) Effect of polymerization shrinkage on the sealing capacity of resin fillers for endodontic use. *J Adhes Dent* 7, 321-329
10. Bitter K, Paris S, Martus P, Schartner R, Kielbassa AM (2004) A Confocal Laser Scanning Microscope investigation of different dental adhesives bonded to root canal dentine. *Int Endod J* 37, 840–848
11. Blunck U, Zaslansky P (2007) Effectiveness of all-in-one adhesive systems tested by thermocycling following short and long-term water storage. *J Adhes Dent* 9 Suppl 2, 231–240
12. Bowen RL (1965) Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. *J Dent Res* 44, 895–902
13. Bowen RL, Rodriguez MS (1962) Tensile strength and modulus of elasticity of tooth structure and several restorative materials. *J Am Dent Assoc* 64, 378–387



14. Branstetter J, von Fraunhofer JA (1982) The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. *J Endod* 8, 312–316
15. Brudevold F, Buonocore MG, Wileman W (1956) A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 35, 846–851
16. Buonocore MG (1963) Principles of adhesive retention and adhesive restorative materials. *J Am Dent Assoc* 67, 382–391
17. Buonocore MG (1955) A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 34, 849–853.
18. Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ (1968) Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. *Arch Oral Biol* 13, 61–70
19. Buonocore MG, Quigley M (1958) Bonding of synthetic resin material to human dentin: preliminary histological study of the bond area. *J Am Dent Assoc* 57, 807–811
20. Chappell RP, Cobb CM, Spencer P, Eick JD (1994) Dentinal tubule anastomosis: a potential factor in adhesive bonding? *J Prosthet Dent* 72, 183–188
21. Chersoni S, Acquaviva GL, Prati C, Ferrari M, Grandini S, Pashley DH, Tay FR (2005) In vivo fluid movement through dentin adhesives in endodontically treated teeth. *J Dent Res* 84, 223–227
22. Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C, Huang C, Prati C, Breschi L, Ferrari M, Pashley DH, Tay FR (2004) In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 83, 459–464
23. Council on Dental Materials, Instruments and Equipment (1987) Dentin bonding systems: an update. *J Am Dent Assoc* 114, 91–95
24. Crim GA (1993) Effect of aging on microleakage of restorative systems. *Am J Dent* 6, 192–194
25. Delivanis PD, Mattison GD, Mendel RW (1983) The survivability of F43 strain of *Streptococcus sanguis* in root canals filled with gutta-percha and Procosol cement. *J Endod* 9, 407–410
26. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 84, 118–132
27. De Munck J, Shirai K, Yoshida Y, Inoue S, Van Landuyt K, Lambrechts P, Suzuki K, Shintani H, Van Meerbeek B (2006) Effect of water storage on the bonding effectiveness of 6 adhesives to Class I cavity dentin. *Oper Dent* 31, 456–465

28. DGZMK-Stellungnahme (2000): Wurzelkanalfüllpasten und -füllstifte. Dtsch Zahnärztl Z 55, 9ff
29. DGZMK-Stellungnahme (2001): Zur Prognose von Wurzelkanalbehandlungen. Dtsch Zahnärztl Z 56, 206ff
30. DGZMK-Stellungnahme (2003): Aufbau endodontisch behandelter Zähne nach Edelhoff D, Heidemann D, Kern M, Weigl P. Gemeinsame Stellungnahme der DGZMK, der DGZPW und der DGZ. Dtsch Zahnärztl Z 58 (4), 199-201
31. DGZMK-Stellungnahme (2005): Good clinical practice: Die Wurzelkanalbehandlung. Dtsch Zahnärztl Z 60, 35ff
32. Duke ES, Lindemuth J (1991) Variability of clinical dentin substrates. Am J Dent 4, 241–246
33. European Society of Endodontology (1994) Consensus report on quality guidelines for endodontic treatment. Int Endodont J 27, 115-124
34. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL (1987) Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. J. Dent. Res. 66, 1636–1639
35. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjör IA (2000) Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. Am J Dent 13, 255–260
36. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Davidson CL (1997) Effect of two etching times on the sealing ability of Clearfil Liner Bond 2 in Class V restorations. Am J Dent 10, 66–70
37. Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H (2003) Bonding of photo and dual-cure adhesives to root canal dentin. Oper Dent 28, 543–551
38. Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A (2000) Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. Oper Dent 25, 324–330
39. Frankenberger R, Lohbauer U, Roggendorf MJ, Naumann M, Taschner M (2008) Selective enamel etching reconsidered: better than etch-and-rinse and self-etch? Adhes Dent 10, 339-344
40. Frey O (2000) Creating a reliable bond. An all-in-one system. Am J Dent 13, 85D–87D
41. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M (1979) Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J Dent Res 58, 1364–1370
42. Gogos C, Stavrianos C, Kolokouris I, Papadoyannis I, Economides N (2003) Shear bond strength of AH-26 root canal sealer to dentine using three dentine bonding agents. J Dent 31, 321–326

43. Goodis HE (2006) Commentary on: Filling root canals in three dimensions. *J Endod* 32, 279–280
44. Grandini R, Novelli C, Pierleoni P, (1991) Dentin adhesives. An update. *Minerva Stomatol* 40, 751–758
45. Güneş B, Aydinbelge HA (2012) Mineral trioxide aggregate apical plug method for the treatment of nonvital immature permanent maxillary incisors: Three case reports. *J Conserv Dent* 15, 73–76
46. Gwinnett AJ (1994) Dentin bond strength after air drying and rewetting. *Am J Dent* 7, 144–148
47. Haller B (2000) Recent developments in dentin bonding. *Am J Dent* 13, 44–50
48. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B (1999) Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent* 24, 172–180
49. Hata G, Kawazoe S, Toda T, Weine FS (1995) Sealing ability of thermoplasticized gutta-percha fill techniques as assessed by a new method of determining apical leakage. *J Endod* 21, 167–172
50. Homayouni H, Majd NM, Zohrehei H, Mosavari B, Adel M, Dajmar R, Homayouni A (2014) The Effect of Root Canal Irrigation with Combination of Sodium Hypo-chlorite and Chlorhexidine Gluconate on the Sealing Ability of Obturation Materials. *Open Dent J* 8, 184–187
51. Hülsmann M, Lorch V, Franz B (1991) Studies on the incidence and quality of root fillings. Evaluation by orthopantomograms. *Dtsch Zahnärztl Z* 46, 296–299
52. Jurcak JJ, Weller RN, Kulild JC, Donley DL (1992) In vitro intracanal temperatures produced during warm lateral condensation of Gutta-percha. *J Endod* 18, 1–3
53. Kanca J (1991) The all-etch bonding technique/wetbonding. *Dent Today* 10, 58, 60-61
54. Kanca J (1991) A method for bonding to tooth structure using phosphoric acid as a dentin-enamel conditioner. *Quintessence Int* 22, 285–290
55. Kanca J (1996) Wet bonding: effect of drying time and distance. *Am J Dent* 9, 273-276
56. Kawasaki K, Featherstone JD (1997) Effects of collagenase on root demineralization. *J Dent Res* 76, 588–595
57. Kersten HW, Moorer WR (1989) Particles and molecules in endodontic leakage. *Int Endod J* 22, 118–124
58. Khetarpal A, Chaudhary S, Talwar S, Verma M (2014) Endodontic management of open apex using Biodentine as a novel apical matrix. *Indian J Dent Res* 25, 513–516

59. Kierklo A, Pawińska M, Tokajuk G, Popławska B, Bielawska A (2012) Cytotoxicity evaluation of three light-cured dentin adhesive materials on human gingival fibroblasts, ex vivo. *Adv Med Sci* 57, 385–390
60. Kugel G, Ferrari M (2000) The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc* 131, 20-25
61. Lutz F, Krejci I, Schüpbach P (1993) Adhesive systems for tooth-colored restorations. A review. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 103, 537–549
62. Majeti C, Veeramachaneni C, Morisetty PK, Rao SA, Tummala M (2014) A simplified etching technique to improve the adhesion of fiber post. *J Adv Prosthodont* 6, 295–301
63. Malyk Y, Kaaden C, Hickel R, Ilie N (2010) Analysis of resin tags formation in root canal dentine: a cross sectional study. *Int Endod J* 43, 47–56
64. Mannocci F, Sherriff M, Ferrari M, Watson TF (2001) Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. *Am J Dent* 14, 200–204
65. Mendoza DB, Eakle WS, Kahl EA, Ho R (1997) Root reinforcement with a resin-bonded preformed post. *J Prosthet Dent* 78, 10–14
66. Miyazaki M, Onose H, Moore BK (2000) Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. Shear bond strength of Singlebond. *Am J Dent* 13, 101-104
67. Mjör IA, Nordahl I (1996) The density and branching of dentinal tubules in human teeth. *Arch. Oral Biol.* 41, 401–412
68. Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F (2001) The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int Endod J* 34, 346–353
69. Modaresi J, Baharizade M, Shareghi A, Ahmadi M, Daneshkazemi A (2013) Copper ion as a new leakage tracer. *J Dent (Shiraz)* 14, 155–159
70. Munksgaard EC, Asmussen E (1985) Dentin-polymer bond mediated by glutaraldehyde/HEMA. *Scand J Dent Res* 93, 463–466
71. Nakabayashi N (1992) The hybrid layer: a resin-dentin composite. *Proc Finn Dent Soc* 88 Suppl 1, 321–329
72. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E (1982) The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J. Biomed. Mater. Res.* 16, 265–273
73. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N (1991) Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 3, 133–138
74. Nakabayashi N, Saimi Y (1996) Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 75, 1706–1715

75. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T (1983) Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res* 62, 1076–1081
76. Nikolaenko SA, Lohbauer U, Roggendorf M, Petschelt A, Dasch W, Frankenberger R (2004) Influence of c-factor and layering technique on microtensile bond strength to dentin. *Dent Mater* 20, 579–585
77. Ørstavik D, Nordahl I, Tibballs JE (2001) Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dent Mater* 17, 512–519
78. Pashley DH (1984) Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent Suppl* 3, 13-29
79. Pashley DH, Carvalho RM (1997) Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 25, 355–372
80. Perdigão J, Lopes M (1999) Dentin bonding--state of the art 1999. *Compend Contin Educ Dent* 20, 1151-1164
81. Perdigão J, Frankenberger R, Rosa BT, Breschi L (2000) New trends in dentin/enamel adhesion. *Am J Dent* 13, 25D–30D
82. Perdigão J, Lopes MM, Gomes G (2007) Interfacial adaptation of adhesive materials to root canal dentin. *J Endod* 33, 259–263
83. Peters LB, Wesselink PR, Moorer WR (1995) The fate and the role of bacteria left in root dentinal tubules. *Int Endod J* 28, 95–99
84. Reeh ES, Messer HH, Douglas WH (1989) Reduction in tooth stiffness as a result of endodontic and restorative procedures. *J Endod* 15, 512–516
85. Retief DH, Mandras RS, Russell CM, Denys FR (1992) Phosphoric acid as a dentin etchant. *Am J Dent* 5, 24–28
86. Rezai RF, Salamat K (1985) In commemoration of endodontic patriarch Friedrich Otto Walkhoff (April 23, 1860-June 8, 1934). *J Endod* 11, 45–47
87. Santos MJMC, Podoriesz A, Rizkalla AS, Santos GC (2013) Microleakage and microtensile bond strength of silorane-based and dimethacrylate-based restorative systems. *Compend Contin Educ Dent* 34 Spec No 8, 19–24
88. Schilder H (2006) Filling root canals in three dimensions. 1967. *J Endod* 32, 281–290
89. Schilke R, Lisson JA, Bauss O, Geurtsen W (2000) Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol* 45, 355–361

90. Shipper G, Ørstavik D, Teixeira FB, Trope M (2004) An evaluation of microbial leakage in roots filled with a thermoplastic synthetic polymer-based root canal filling material (Resilon). *J Endod* 30, 342–347
91. Strawn SE, White JM, Marshall GW, Gee L, Goodis HE, Marshall SJ (1996) Spectroscopic changes in human dentine exposed to various storage solutions--short term. *J Dent* 24, 417–423
92. Suzuki TYU, Gomes-Filho JE, Gallego J, Pavan S, Dos Santos PH, Fraga Briso AL (2014) Mechanical properties of components of the bonding interface in different regions of radicular dentin surfaces. *J Prosthet Dent* 101-116
93. Swift EJ, Perdigão J, Heymann HO (1995) Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int* 26, 95–110
94. Tabrizizade M, Asadi Y, Sooratgar A, Moradi S, Sooratgar H, Ayatollahi F (2014) Sealing ability of mineral trioxide aggregate and calcium-enriched mixture cement as apical barriers with different obturation techniques. *Iran Endod J* 9, 261–265
95. Tao L, Pashley DH, Boyd L (1988) Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths. *Dent Mater* 4, 208–216
96. Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH (2005) Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod* 31, 584–589
97. Tay FR, Pashley DH (2007) Monoblocks in root canals: a hypothetical or a tangible goal. *J Endod* 33, 391–398
98. Tay FR, Pashley DH (2003) Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 16, 6–12
99. Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CKY (2004) Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. *Am J Dent* 17, 315–322
100. Tay FR, Loushine RJ, Monticelli F, Weller RN, Breschi L, Ferrari M, Pashley DH (2005) Effectiveness of resin-coated gutta-percha cones and a dual-cured hydrophilic methacrylate resin-based sealer in obturating root canals. *J Endod* 31, 659-664
101. Tay KCY, Loushine BA, Oxford C, Kapur R, Primus CM, Gutmann JL, Loushine RJ, Pashley DH, Tay FR (2007) In vitro evaluation of a Ceramicrorete-based root-end filling material. *J Endod* 33, 1438–1443
102. Teixeira FB, Teixeira ECN, Thompson J, Leinfelder KF, Trope M (2004) Dentinal bonding reaches the root canal system. *J Esthet Restor Dent* 16, 348–354



103. Titley KC, Childers S, Kulkarni G (2006) An in vitro comparison of short and long term bond strengths of polyacid modified composite resins to primary human and bovine enamel and dentine. *Eur Arch Paediatr Dent* 7, 246–252
104. Titley K, Chernecky R, Chan A, Smith D (1995) The composition and ultrastructure of resin tags in etched dentin. *Am J Dent* 8, 224–230
105. Touati B (1998) *Esthetic Dentistry and Ceramic Restorations*. Thieme, Stuttgart
106. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G (1992) Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 71, 1530–1540
107. Verma G, Trehan M, Sharma S (2013) Comparison of Shear Bond Strength and Estimation of Adhesive Remnant Index between Light-cure Composite and Dual-cure Composite: An in vitro Study. *Int J Clin Pediatr Dent* 6, 166–170
108. Watanabe I, Nakabayashi N (1993) Bonding durability of photocured phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int* 24, 335–342
109. Wu MK, De Gee AJ, Wesslink PR (1994) Leakage of four root canal sealers at different thickness. *Int Endod J* 27, 304–308
110. Xu S, Zhang L, Li F, Zhou W, Chen Y, Chen J (2014) Effect of three aging challenges on the bonding stability of resin-dentin interface using an etch-and-rinse adhesive. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi* 49, 367–370
111. Yazdizadeh M, Bouzarjomehri Z, Khalighinejad N, Sadri L (2013) Evaluation of Apical Microleakage in Open Apex Teeth Using MTA Apical Plug in Different Sessions. *ISRN Dent* 2013
112. Zhang L, Magni E, Radovic I, Wang YJ, Chen JH, Ferrari M (2008) Effect of curing modes of dual-curing luting systems and root regions on retention of translucent fiber posts in root canals. *J Adhes Dent* 10, 219–226

## 7 Anhang

### 7.1 Anhang 1: Messwerttabellen zum Hauptversuch

Tabelle 4-10 bilden die Messdaten aus dem Hauptversuch ab. Dabei gilt für alle 7 Tabellen folgende Einteilung:

Die Ziffern 1 bis 10 in der ersten Zeile stellen die Probennummer dar. Die linke Spalte bildet das Zeitintervall ab. Dabei sind wie in 4.2.2 (S. 70) beschrieben die Messwerte 30 min, 2 h, 12 h, 24 h, 48 h zum Zeitintervall INITIAL zusammengefasst, 1 w und 2 w zum Intervall WOCHEN, 1 m ergibt das Intervall MONAT, 6 m und 1 y ergeben das Intervall JAHR und die Messdaten von 2 y stellen das Intervall LANGZEIT dar. Die sich ergebenden Mittelwerte in den Zeilen 7, 10, 12, 15 und 17 werden in den Abbildungen 45 bis 51 abgebildet (vgl. Abschnitt 4.2.2, S. 70ff).

Die Gesamtmittelwerte aus der zweiten Spalte von links stellen den Mittelwert aus den Mittelwerten aller Proben des entsprechenden Zeitintervalls dar. Zusätzlich wird in der letzten Spalte die Standardabweichung angegeben. Die Gesamtmittelwerte bilden die Grundlage für Abbildung 52 und 53 (vgl. S. 78 und 79, Abschnitt 4.2.2). Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde auf die graphische Darstellung der Standardabweichung in den Diagrammen verzichtet.

Hellblau hinterlegte Felder in den Tabellen kennzeichnen den Anstieg des Messwertes auf die zweite Nachkommastelle (Messwert  $> 0,01$ ) und markieren damit die mit dem Auge sichtbare Blaufärbung des Wassers.

Tabelle 4: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 1 Kontrolle**, frühzeitiger Anstieg der Messwerte aller Proben über 0,01 (hellblau hinterlegt)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,007	0,0045	0,005	0,006	0,006	0,004	0,0045	0,0075	0,0045	0,0055		
2 h	0,003	0,0035	0,0045	0,004	0,0035	0,003	0,0025	0,0045	0,0035	0,0045		
12h	0,004	0,0045	0,0025	0,008	0,008	0,0045	0,004	0,005	0,005	0,005		
24h	0,0025	0,002	0,02	0,009	0,0085	0,001	0,0045	0,0095	0,003	0,0025		
48h	0,0035	0,003	0,02	0,0075	0,005	0,0045	0,0095	0,003	0,003	0,004		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0104</b>	<b>0,0069</b>	<b>0,0064</b>	<b>0,0034</b>	<b>0,005</b>	<b>0,0059</b>	<b>0,0038</b>	<b>0,0043</b>	<b>0,00534</b>	<b>0,00215</b>
1 w	0,0065	0,0035	0,02	0,0045	0,004	0,004	0,003	0,0035	0,0055	0,0045		
2 w	0,006	0,0065	0,025	0,008	0,0065	0,005	0,0045	0,0075	0,0055	0,0055		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,00625</b>	<b>0,005</b>	<b>0,0225</b>	<b>0,00625</b>	<b>0,00525</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,00375</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,005</b>	<b>0,00695</b>	<b>0,0055</b>
1 m	0,04	0,03	0,03	0,04	0,045	0,03	0,04	0,04	0,04	0,045		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,04</b>	<b>0,03</b>	<b>0,03</b>	<b>0,04</b>	<b>0,045</b>	<b>0,03</b>	<b>0,04</b>	<b>0,04</b>	<b>0,04</b>	<b>0,045</b>	<b>0,038</b>	<b>0,0059</b>
6 m	0,03	0,04	0,045	0,03	0,045	0,03	0,03	0,045	0,035	0,04		
1 y	0,035	0,045	0,055	0,035	0,05	0,02	0,01	0,035	0,03	0,04		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,0325</b>	<b>0,0425</b>	<b>0,05</b>	<b>0,0325</b>	<b>0,0475</b>	<b>0,025</b>	<b>0,02</b>	<b>0,04</b>	<b>0,0325</b>	<b>0,04</b>	<b>0,03625</b>	<b>0,0095</b>
2 y	0,04	0,04	0,065	0,055	0,06	0,035	0,025	0,045	0,055	0,065		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,04</b>	<b>0,04</b>	<b>0,065</b>	<b>0,055</b>	<b>0,06</b>	<b>0,035</b>	<b>0,025</b>	<b>0,045</b>	<b>0,055</b>	<b>0,065</b>	<b>0,0485</b>	<b>0,0136</b>

Tabelle 5: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 2 Optibond FL**, nur Probe 8 erreicht den Schwellenwert zur Undichtigkeit bei der Langzeitmessung

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,0025	0,001	0,0015	0,0025	0,0035	0,0025	0,003	0,002	0,003	0,0025		
2 h	0,0025	0,001	0,001	0,0015	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001		
12h	0,003	0,001	0,001	0,001	0,001	0,004	0,001	0,0055	0,001	0,001		
24h	0,0025	0,001	0,003	0,004	0,0035	0,005	0,0035	0,006	0,0025	0,0035		
48h	0,001	0,001	0,0015	0,0015	0,001	0,001	0,001	0,003	0,0015	0,0015		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,0023</b>	<b>0,001</b>	<b>0,0016</b>	<b>0,0021</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,0019</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0018</b>	<b>0,0019</b>	<b>0,0023</b>	<b>0,00083</b>
1 w	0,003	0,001	0,0035	0,002	0,004	0,0025	0,0025	0,0045	0,0025	0,0015		
2 w	0,0055	0,003	0,0055	0,006	0,007	0,003	0,0045	0,006	0,0045	0,0055		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,00425</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,00525</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0039</b>	<b>0,00107</b>
1 m	0,0035	0,0025	0,0035	0,0025	0,005	0,0025	0,0035	0,0055	0,0025	0,004		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,005</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,00108</b>
6 m	0,003	0,0045	0,004	0,002	0,003	0,003	0,002	0,008	0,005	0,004		
1 y	0,002	0,0035	0,002	0,002	0,0025	0,0035	0,0025	0,0095	0,007	0,0045		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,004</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,00225</b>	<b>0,00875</b>	<b>0,006</b>	<b>0,00425</b>	<b>0,0039</b>	<b>0,00208</b>
2 y	0,0025	0,004	0,0015	0,002	0,003	0,004	0,002	0,01	0,005	0,004		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,002</b>	<b>0,003</b>	<b>0,004</b>	<b>0,002</b>	<b>0,01</b>	<b>0,005</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0038</b>	<b>0,00245</b>

Tabelle 6: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 3 Clearfill SE**, nur Probe 7 erreicht den Schwellenwert zur Undichtigkeit bei der Langzeitmessung

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,007	0,008	0,0075	0,007	0,006	0,0075	0,0075	0,008	0,0065	0,0065		
2 h	0,0045	0,0035	0,001	0,0025	0,002	0,003	0,0025	0,0015	0,0035	0,004		
12h	0,005	0,002	0,0035	0,0045	0,0025	0,0025	0,0015	0,0025	0,0035	0,0025		
24h	0,0025	0,0025	0,002	0,002	0,002	0,0015	0,0025	0,003	0,0015	0,002		
48h	0,001	0,0015	0,001	0,0035	0,0015	0,001	0,002	0,001	0,0015	0,001		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,003</b>	<b>0,0039</b>	<b>0,0028</b>	<b>0,0031</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,00038</b>
1 w	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,0015	0,0015	0,0015	0,0015		
2 w	0,0055	0,003	0,0055	0,0045	0,0025	0,003	0,0055	0,0025	0,0055	0,0055		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,002</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00175</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00074</b>
1 m	0,0055	0,0015	0,0015	0,004	0,002	0,004	0,0035	0,001	0,025	0,004		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,004</b>	<b>0,002</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,001</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,004</b>	<b>0,003</b>	<b>0,00146</b>
6 m	0,005	0,002	0,002	0,003	0,002	0,0035	0,006	0,0025	0,002	0,0035		
1 y	0,004	0,0025	0,0055	0,0025	0,0025	0,001	0,0075	0,004	0,003	0,004		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,00225</b>	<b>0,00375</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00225</b>	<b>0,00225</b>	<b>0,00675</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,00375</b>	<b>0,0034</b>	<b>0,00141</b>
2 y	0,005	0,003	0,005	0,003	0,002	0,0015	0,01	0,0045	0,003	0,0045		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,005</b>	<b>0,003</b>	<b>0,005</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,01</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,003</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,00415</b>	<b>0,00239</b>

Tabelle 7: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 4 Clearfill Protect**, die Proben 2 und 7 werden undicht gewertet

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,0045	0,0035	0,0025	0,003	0,004	0,0015	0,005	0,002	0,0035	0,0025		
2 h	0,003	0,0015	0,002	0,0015	0,0025	0,002	0,002	0,004	0,003	0,003		
12h	0,004	0,003	0,002	0,004	0,0025	0,001	0,0055	0,003	0,0035	0,003		
24h	0,005	0,0025	0,005	0,0035	0,002	0,002	0,015	0,0035	0,0035	0,003		
48h	0,0055	0,0085	0,003	0,004	0,002	0,0025	0,01	0,004	0,004	0,0025		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0038</b>	<b>0,0029</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0026</b>	<b>0,0018</b>	<b>0,0075</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0028</b>	<b>0,0036</b>	<b>0,00155</b>
1 w	0,003	0,0075	0,0025	0,002	0,004	0,0015	0,02	0,0035	0,004	0,0045		
2 w	0,005	0,0085	0,001	0,0045	0,004	0,0045	0,02	0,0025	0,001	0,0025		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,004</b>	<b>0,008</b>	<b>0,00175</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,004</b>	<b>0,003</b>	<b>0,02</b>	<b>0,003</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0053</b>	<b>0,00543</b>
1 m	0,007	0,015	0,0045	0,005	0,005	0,005	0,025	0,006	0,0055	0,0055		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,007</b>	<b>0,015</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,005</b>	<b>0,005</b>	<b>0,005</b>	<b>0,025</b>	<b>0,006</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0084</b>	<b>0,00661</b>
6 m	0,005	0,015	0,003	0,0035	0,0045	0,0045	0,02	0,007	0,004	0,005		
1 y	0,0025	0,02	0,002	0,002	0,004	0,0035	0,025	0,008	0,003	0,004		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,00375</b>	<b>0,0175</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00425</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0225</b>	<b>0,0075</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,0073</b>	<b>0,00694</b>
2 y	0,002	0,02	0,002	0,0025	0,0035	0,003	0,025	0,009	0,003	0,0035		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,002</b>	<b>0,02</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,003</b>	<b>0,025</b>	<b>0,009</b>	<b>0,003</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0074</b>	<b>0,00832</b>

Tabelle 8: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 5 Clearfill S3**, nur Probe 1 erreicht den Schwellenwert zur Undichtigkeit bei der Langzeitmessung

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,003	0,003	0,002	0,003	0,002	0,0025	0,0035	0,002	0,0035	0,003		
2 h	0,001	0,001	0,002	0,0025	0,0025	0,0025	0,003	0,0015	0,005	0,002		
12h	0,0035	0,004	0,003	0,004	0,0035	0,002	0,0035	0,0035	0,0055	0,0025		
24h	0,006	0,003	0,0025	0,003	0,004	0,002	0,0025	0,001	0,0025	0,003		
48h	0,003	0,0025	0,0025	0,001	0,0035	0,001	0,001	0,0015	0,0025	0,003		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,0024</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,0031</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,0019</b>	<b>0,0038</b>	<b>0,0022</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,0006</b>
1 w	0,0035	0,0025	0,0025	0,001	0,003	0,002	0,002	0,0035	0,0015	0,0035		
2 w	0,001	0,001	0,0015	0,002	0,0025	0,001	0,001	0,0015	0,0015	0,001		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,00225</b>	<b>0,00175</b>	<b>0,002</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,00225</b>	<b>0,00195</b>	<b>0,0005</b>
1 m	0,001	0,004	0,0015	0,0035	0,0035	0,001	0,0035	0,005	0,001	0,0025		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,001</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,001</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,005</b>	<b>0,001</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,00265</b>	<b>0,00145</b>
6 m	0,0055	0,004	0,002	0,004	0,003	0,0025	0,0035	0,0045	0,0035	0,003		
1 y	0,007	0,0045	0,003	0,0055	0,0025	0,003	0,004	0,005	0,0055	0,0035		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,00625</b>	<b>0,00425</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,00475</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00275</b>	<b>0,00375</b>	<b>0,00475</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,00395</b>	<b>0,00118</b>
2 y	0,01	0,004	0,0035	0,0065	0,003	0,004	0,0045	0,0045	0,0065	0,003		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,01</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,003</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,003</b>	<b>0,00495</b>	<b>0,00217</b>



Tabelle 9: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 6 Adhese**, die Proben 3,4,5,6 und 10 werden undicht gewertet

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,003	0,004	0,0015	0,002	0,002	0,003	0,002	0,0035	0,005	0,002		
2 h	0,0035	0,0025	0,002	0,006	0,0035	0,007	0,002	0,0045	0,005	0,005		
12h	0,002	0,004	0,007	0,0025	0,002	0,001	0,002	0,0025	0,003	0,0045		
24h	0,001	0,005	0,01	0,001	0,001	0,0025	0,003	0,002	0,001	0,0015		
48h	0,0025	0,003	0,01	0,0055	0,005	0,0045	0,003	0,0045	0,004	0,0035		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,0024</b>	<b>0,0037</b>	<b>0,0061</b>	<b>0,0034</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,0036</b>	<b>0,0024</b>	<b>0,0034</b>	<b>0,0036</b>	<b>0,0033</b>	<b>0,00346</b>	<b>0,00105</b>
1 w	0,004	0,0045	0,015	0,004	0,0075	0,005	0,0085	0,005	0,007	0,0075		
2 w	0,002	0,0035	0,02	0,0065	0,007	0,004	0,0025	0,0015	0,001	0,001		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,003</b>	<b>0,004</b>	<b>0,0175</b>	<b>0,00525</b>	<b>0,00725</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,00325</b>	<b>0,004</b>	<b>0,00425</b>	<b>0,00585</b>	<b>0,00427</b>
1 m	0,0055	0,0025	0,02	0,006	0,01	0,0065	0,005	0,0025	0,003	0,0035		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,02</b>	<b>0,006</b>	<b>0,01</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,005</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,003</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,00645</b>	<b>0,00528</b>
6 m	0,005	0,0045	0,02	0,0085	0,01	0,009	0,0055	0,0035	0,004	0,0065		
1 y	0,0055	0,0085	0,025	0,01	0,0095	0,015	0,0065	0,005	0,0055	0,01		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,00525</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,0225</b>	<b>0,00925</b>	<b>0,00975</b>	<b>0,012</b>	<b>0,006</b>	<b>0,00425</b>	<b>0,00475</b>	<b>0,00825</b>	<b>0,00885</b>	<b>0,0054</b>
2 y	0,005	0,009	0,025	0,01	0,01	0,015	0,0075	0,0045	0,006	0,01		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,005</b>	<b>0,009</b>	<b>0,025</b>	<b>0,01</b>	<b>0,01</b>	<b>0,015</b>	<b>0,0075</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,006</b>	<b>0,01</b>	<b>0,0102</b>	<b>0,00604</b>

Tabelle 10: Photometrische Messdaten der **GRUPPE 7 Cumdente**, die Proben 4,5,7,8 und 10 werden undicht gewertet

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Gesamt - mittelwert	Standard- abweichung
30 min	0,002	0,0045	0,0025	0,0045	0,006	0,003	0,0025	0,0015	0,004	0,0045		
2 h	0,0025	0,001	0,0025	0,0025	0,003	0,002	0,0025	0,001	0,0035	0,001		
12h	0,003	0,003	0,0015	0,0045	0,0025	0,003	0,004	0,0025	0,0025	0,002		
24h	0,003	0,0015	0,004	0,008	0,0055	0,0035	0,006	0,0035	0,002	0,005		
48h	0,001	0,0015	0,001	0,004	0,004	0,006	0,0045	0,0035	0,002	0,0015		
<b>Mittelwert INITIAL</b>	<b>0,0023</b>	<b>0,0023</b>	<b>0,0023</b>	<b>0,0047</b>	<b>0,0042</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0039</b>	<b>0,0024</b>	<b>0,0028</b>	<b>0,0028</b>	<b>0,00312</b>	<b>0,000892</b>
1 w	0,002	0,006	0,0035	0,0085	0,007	0,007	0,0075	0,006	0,007	0,006		
2 w	0,005	0,005	0,0055	0,0045	0,006	0,007	0,004	0,0065	0,0055	0,006		
<b>Mittelwert WOCHE</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,007</b>	<b>0,00575</b>	<b>0,00625</b>	<b>0,00625</b>	<b>0,006</b>	<b>0,00578</b>	<b>0,00105</b>
1 m	0,0025	0,0035	0,003	0,009	0,0065	0,006	0,0055	0,007	0,008	0,0045		
<b>Mittelwert MONAT</b>	<b>0,0025</b>	<b>0,0035</b>	<b>0,003</b>	<b>0,009</b>	<b>0,0065</b>	<b>0,006</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,007</b>	<b>0,008</b>	<b>0,0045</b>	<b>0,00555</b>	<b>0,00105</b>
6 m	0,0045	0,0035	0,004	0,0095	0,009	0,0055	0,0075	0,006	0,008	0,0095		
1 y	0,0055	0,0025	0,0055	0,0085	0,01	0,005	0,015	0,0075	0,075	0,01		
<b>Mittelwert JAHR</b>	<b>0,005</b>	<b>0,003</b>	<b>0,00475</b>	<b>0,009</b>	<b>0,0095</b>	<b>0,00525</b>	<b>0,01125</b>	<b>0,00675</b>	<b>0,00775</b>	<b>0,00975</b>	<b>0,0072</b>	<b>0,00267</b>
2 y	0,006	0,003	0,007	0,01	0,015	0,006	0,02	0,0095	0,008	0,025		
<b>Mittelwert LANGZEIT</b>	<b>0,006</b>	<b>0,003</b>	<b>0,007</b>	<b>0,01</b>	<b>0,015</b>	<b>0,006</b>	<b>0,02</b>	<b>0,0095</b>	<b>0,008</b>	<b>0,025</b>	<b>0,011</b>	<b>0,00695</b>

## 7.2 Anhang 2: Materialliste

*Tabelle 13: Verwendete Materialien und Herstellerangaben in alphabetischer Reihenfolge ggf. mit LOT-Nummerangabe oder Produktkennziffer*

<b>Material</b>	<b>Hersteller/Firmensitz</b>
AdheSE Dual Cure	Ivoclar Vivadent AG <i>Schaan/Liechtenstein</i> LOT L42052
Ätzel	siehe Kerr Etchant Ätzel
Aqua dest.	siehe Wasser, destilliert
Brownie Gummipolierer	Fa. Shofu Dental <i>Ratingen/Germany</i>
Cavit W	Fa. 3M Espe <i>Neuss/Germany</i>
Clearfill Protect	Kuraray Europe GmbH <i>Hattersheim am Main/Germany</i> LOT 41178
Clearfill S3	Kuraray Europe GmbH <i>Hattersheim am Main/Germany</i> LOT 41163
Clearfill SE	Kuraray Europe GmbH <i>Hattersheim am Main/Germany</i> LOT 41655
Cumdente Etch&Bond	Cumdente dental concepts <i>Tübingen/Germany</i> LOT 5710363

E-Master	Endodontisches Aufbereitungssystem Fa. VDW <i>München/Germany</i>
E-Master-Feilen	BasicKit Fa. VDW <i>München/Germany</i> LOT 67763080
Einwegspritzen	Fa. B. Braun Melsungen AG <i>Melsungen/Germany</i>
Epoxidharz	siehe Stycast Epoxidharz
Flowable Composite	Tetric Evo Flow Fa. Ivoclar Vivadent AG <i>Liechtenstein</i>
Glasgefäße, zylindrisch	siehe PE-Gläschen
Gummipolierer	siehe Brownie Gummipolierer
Headstroemfeilen	Headstroemfeilen der ISO-Größen 15-60 Fa. VDW <i>München/Germany</i>
Heidemannspatel	Fa. Aesculap AG <i>Tuttligen/Germany</i>
I Bond Gluma inside	Heraeus Kulzer GmbH <i>Wehrheim/Germany</i> LOT 020134
Kerr Etchant Ätzel	Fa. KerrHawe <i>Bioggio/Switzerland</i> LOT 07-2174

Leit-C	Karbonkleber Conductive Carbon Cement Fa. PLANO GmbH <i>Wetzlar/Germany</i>
Löschpapier	Fa. Brunnen <i>Heilbronn/Germany</i>
Metallsieb	Teesieb Fa. Günter Gräwe GmbH <i>Meinerzhagen/Germany</i>
Methylenblaulösung	0,5% Methylenblaulösung Fa. Merck <i>Darmstadt/Germany</i>
Microbrush extrathin	Fa. Dentsply DeTrey <i>Konstanz/Germany</i>
Moosgummi	Fa. Eduplay GmbH <i>Lautertal/Germany</i>
Nagellack	Fa. Essence Drogerie <i>Frankfurt/Germany</i>
Natriumhypochlorit	Natriumhypochlorit-Lösung 3% Fa. Heidinger <i>Stuttgart/Germany</i> Charge 046281
Optibond FL	Kerr Dental, Kavo Kerr Group GmbH, Danaher Corporation <i>Washington D.C./USA</i> LOT 418913/422657
Papierspitzen	Fa. Roeko <i>Langenau/Germany</i> LOT 509946
Parafilm	Laboratory Film „M“ Fa. Pechiney Plastic Packaging <i>Chicago/USA</i>

PE-Gläschen	Fisherbrand ND 18 Fa. Fisher Scientific <i>Schwerte/Germany</i> LOT 24821
Pipette/Pipettenspitzen	epT.I.P.S Standard/Bulk 0,1-10 µl Fa. Eppendorf <i>Hamburg/Germany</i> LOT U120320G
Polymerisationslampe	Elipar free light Fa. 3M Espe <i>Neuss/Germany</i>
President plus	light body A-Silikon Fa. Coltène/Whaledent GmbH und Co. KG <i>Langenau/Germany</i> LOT 0075454
Probenteller f. REM	Aluminium Specimen Stubs, REM Probenteller Agar Scientific Ltd <i>Essex/UK</i>
REM	Quanta 200 HV Rasterelektronenmikroskop Fa. Fei Company <i>Eindhoven/Netherlands</i>
Spülkanülen	Fa. B. Braun Melsungen AG <i>Melsungen/Germany</i>
Sputteranlage	Sputter Coater SC 7640 Fa. Polaron Equipment Ltd. Quorum technologies <i>Newhaven/UK</i>
Stycast Epoxidharz	Fa. Emerson & Cuming <i>Westerlo/Belgium</i>
Thermocycler	Willytec Themocycler V. 2.8 Fa. SD Mechatronik GmbH <i>Feldkirchen-Westerham/Germany</i>

Trennscheibe	Diamant H 332C300 Fa. Horico <i>Berlin/Germany</i> LOT 18748
Wasser, destilliert	Fa. B. Braun Melsungen AG <i>Melsungen/Germany</i> LOT 8331A101



## **8 Danksagung**

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Matthias Hannig, Direktor der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde der Universität des Saarlandes, der die Durchführung dieser Studie ermöglicht hat und mir während meiner gesamten Arbeit geduldig und hilfreich zur Seite stand, und seinen Mitarbeitern.

Ich danke Herrn Prof. Dr. Stefan Rupf, Oberarzt der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde der Universität des Saarlandes, für die Hilfe bei der statistischen Auswertung der Ergebnisse.

Außerdem danke ich Frau Dr. Karin Huber, ehemalige Oberärztin der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde der Universität des Saarlandes, für die Betreuung am Rasterlektronenmikroskop.

Ich danke meinen Eltern Sabine und Johannes Laubenthal, die mir mein Studium und meinen bisherigen Werdegang durch großzügige Unterstützung ermöglicht haben, und meinem Ehemann Stefan Reiter und meinen Geschwistern Johannes und Sebastian Laubenthal, die mich stets in meiner Arbeit bestärkt haben.